



Effets de la fréquence et de la température sur les mécanismes de microplasticité en fatigue à grand et très grand nombre de cycles

Nicolas Marti

► To cite this version:

Nicolas Marti. Effets de la fréquence et de la température sur les mécanismes de microplasticité en fatigue à grand et très grand nombre de cycles. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2014. Français. NNT : 2014ENAM0041 . tel-01204787

HAL Id: tel-01204787

<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01204787>

Submitted on 24 Sep 2015

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n°432 : Science des Métiers de l'ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité “ Mécanique – Matériaux ”

présentée et soutenue publiquement par

Nicolas MARTI

le 21 Novembre 2014

Effets de la fréquence et de la température sur les mécanismes de microplasticité en fatigue à grand et très grand nombre de cycles

Directrice de thèse : **Véronique FAVIER**

Co-encadrement de la thèse : **Nicolas SAINTIER** et **Fabienne GREGORI**

Jury

M. André CHRYSOCHOOS, Professeur des Universités, LMGC, Université Montpellier 2
M. Xavier FEAUGAS, Professeur des Universités, LaSIE, Université de La Rochelle
M. Maxime SAUZAY, Docteur, CEA Saclay
M. Christophe DÉPRÉS, Maître de conférences, SYMME, Polytech' Savoie
M. Hael MUGHRABI, Professeur émérite, Université d'Erlangen-Nürnberg
Mme Véronique FAVIER, Professeur des Universités, PIMM, Arts et Métiers ParisTech Paris
M. Nicolas SAINTIER, Professeur des Universités, I2M, Arts et Métiers ParisTech Bordeaux
Mme Fabienne GREGORI, Maître de conférences, LSPM, Université Paris 13 - Sorbonne Paris Cité

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur

**T
H
È
S
E**

Table des matières

Remerciements	v
Contact	vii
Glossaire	ix
0 Introduction générale	1
0.1 Contexte et objectif	1
0.2 Laboratoires partenaires	2
0.3 Démarche	3
0.4 Structure du manuscrit	4
1 Étude bibliographique	7
1.1 Introduction	8
1.2 Introduction à la fatigue des matériaux métalliques	8
1.2.1 Généralités et définitions	8
1.2.2 Courbe de WÖHLER ou courbe S–N	11
1.2.3 Méthodes rapides d’estimation de la limite de fatigue	15
1.2.4 Amorçage de fissures dans les matériaux ductiles monophasés (ma- tériaux de type I)	17
1.3 Mécanismes de déformation du cuivre pur	19
1.3.1 Modes de déformation en plasticité monotone	19
1.3.2 Glissement réversible et irréversible sous sollicitation cyclique	24
1.4 Localisation de la déformation plastique sous sollicitation cyclique	25
1.4.1 Bandes persistantes de glissement PSB	25
1.4.2 Modèles de formation des extrusions	28
1.4.3 Modèles de développement des extrusions	31
1.5 Effets de fréquence sur le comportement en fatigue	33
1.5.1 La question des effets de fréquence	33
1.5.2 Origines possibles des effets de fréquence	35
1.5.3 Courbes de WÖHLER du cuivre pur polycristallin	35
1.6 Mécanismes de microplasticité à basses et hautes fréquences	45

1.6.1	Seuils d'apparition des premières bandes de glissement et premières bandes persistantes	45
1.6.2	Morphologie et sites d'apparition des bandes	49
1.6.3	Effets de l'environnement	51
1.7	Conclusion	55
2	Essais de fatigue et techniques d'observations et d'analyses	57
2.1	Introduction	57
2.2	Essais de fatigue	58
2.2.1	Essais de fatigue ultrasonique	58
2.2.2	Essais de fatigue à basses fréquences	68
2.3	Dimensionnement des éprouvettes et validation	70
2.3.1	Cas des éprouvettes de fatigue ultrasonique	70
2.3.2	Cas des éprouvettes de fatigue basses fréquences	82
2.4	Techniques d'observations et d'analyses	86
2.4.1	Le microscope électronique à balayage – MEB	86
2.4.2	La diffraction des électrons rétro-diffusés – EBSD	87
2.4.3	Calcul d'un indicateur de la quantité de bandes de glissement en surface	97
2.4.4	Détection des premières bandes de glissement	98
2.5	Principales conclusions du chapitre	100
3	Matériau étudié et procédures de préparation	101
3.1	Introduction	101
3.2	Caractérisation chimique et microstructurale	102
3.3	Comportement mécanique	111
3.3.1	Propriétés en traction quasi-statique	111
3.3.2	Sensibilité à la vitesse de déformation	114
3.4	Préparation des éprouvettes et échantillons	116
3.4.1	Usinage	116
3.4.2	Traitements thermiques	116
3.4.3	Polissage	116
3.4.4	Mesure des contraintes résiduelles	119
3.4.5	Attaque chimique	120
3.5	Principales conclusions du chapitre	121
4	Durée de vie en fatigue du cuivre pur polycristallin – Apports des mesures de température pour l'étude du comportement en fatigue	123
4.1	Introduction	124
4.2	Courbe de WÖHLER du cuivre pur polycristallin à différentes fréquences .	124
4.2.1	Résultats	124
4.2.2	Comparaison avec les travaux de la littérature	130
4.3	Évolution de la température au cours des essais de fatigue – Comparaison des énergies dissipées au cours d'un cycle à différentes fréquences	133

4.3.1	Mesures de température couplées à des observations du relief de surface	133
4.3.2	Mesures de température lors des essais ultrasoniques avec système de refroidissement	137
4.3.3	Mesures de température lors des essais à basses fréquences	139
4.3.4	Calcul de l'énergie dissipée au cours d'un cycle	142
4.3.5	Effet de la température	146
4.4	Estimation des amplitudes de déformation plastique	148
4.5	Discussion	150
4.6	Principales conclusions du chapitre	150
5	Comparaison des mécanismes de microplasticité en fatigue conventionnelle et ultrasonique	151
5.1	Introduction	152
5.2	Caractérisation des bandes de glissement	152
5.2.1	Morphologie et localisation des bandes de glissement	153
5.2.2	Critères d'apparition des bandes de glissement	157
5.3	Seuils d'apparition des premières bandes de glissement	159
5.3.1	Seuils d'apparition des premières bandes de glissement à basse fréquence – Comparaison basse et haute fréquence	159
5.3.2	Morphologie et localisation des premières bandes de glissement à basse fréquence	162
5.4	Effets de la fréquence et de la température sur le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles	165
5.4.1	Essais à basse fréquence	168
5.4.2	Essais ultrasoniques avec système de refroidissement	171
5.4.3	Comparaison des résultats à basse et haute fréquence	175
5.4.4	Essais ultrasoniques sans système de refroidissement	177
5.4.5	Comparaison des résultats pour les essais ultrasoniques avec et sans système de refroidissement	179
5.5	Répartition de la microplasticité dans les grains – Calculs de désorientation intragranulaire	181
5.6	Structures de dislocations en fatigue	186
5.7	Principales conclusions du chapitre	189
6	Discussion générale	191
6.1	Introduction	191
6.2	Rappel des résultats	191
6.3	Discussion	192
6.3.1	Sensibilité à la vitesse de déformation	192
6.3.2	Premières bandes de glissement	196
6.3.3	Des calculs de désorientation intragranulaire aux structures de dislocations	202
6.3.4	Développement des bandes de glissement	203

6.3.5	Effet de la température	204
7	Conclusion générale et perspectives	205
7.1	Conclusion générale	205
7.2	Perspectives	207
A	Modes de vibration d'une éprouvette plate en cuivre	209
B	Calcul d'un angle de désorientation	211
B.1	Méthode de calcul	211
B.2	Opérateurs de symétrie pour les cristaux cubiques	212
C	Exemples de cartographies d'orientations après essais de fatigue	215
D	Distributions des valeurs d'angles de désorientation intragranulaire	219
E	Activités d'encadrement et d'enseignement au cours du doctorat	221
	Bibliographie	230
	Liste des figures	237
	Liste des tableaux	240

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les membres du jury André CHRYSOCHOOS, Xavier FEAUGAS, Maxime SAUZAY, Christophe DÉPRÉS et Hael MUGHRABI pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse ainsi que pour leurs remarques très enrichissantes lors de la soutenance ou dans leurs rapports.

Je tiens ensuite à remercier mes trois encadrants :

- Véronique FAVIER pour la précision et la rigueur de ses remarques lors de l'écriture de la synthèse bibliographique et pour son soutien dans la discussion des résultats,
- Nicolas SAINTIER pour ses remarques et conseils avisés ainsi que son aide lors de mes campagnes d'essais à Bordeaux,
- Fabienne GREGORI pour avoir aiguisé mon sens de l'analyse en microscopie et ses remarques constructives.

Je vous réitère mes remerciements car après ces années j'ai appris beaucoup de choses à votre contact aussi bien sur le plan scientifique que méthodique.

Je tiens aussi à remercier les chercheurs, techniciens, documentalistes et stagiaires pour leurs formations, leurs conseils et leur aide. Je pense plus particulièrement à :

- Nicolas RANC pour ses conseils pour les essais de fatigue ultrasonique,
- Frédéric VALÈS et Ovidiu BRINZA pour m'avoir formé à la microscopie électronique,
- Brigitte BACROIX pour ses conseils en EBSD et sur les textures,
- Ngoc-Lam PHUNG et Antoine BLANCHE, qui ont démarré leurs thèses un peu avant moi, pour m'avoir formé à certaines techniques expérimentales mises en place dans le cadre de leurs thèses ainsi que pour nos échanges sur nos résultats expérimentaux,
- Thomas HENDRICKS et Hamza FASSI qui ont participé à ce travail à travers leurs stages de master,
- Yannick GRUCHY et Jean-Baptiste SEPTIERS pour l'usinage des éprouvettes,
- Jérémie BEGA et Jonathan MERZEAU pour leurs conseils sur la préparation des échantillons et l'instrumentation des éprouvettes,
- Isabelle FERAL et son équipe à la bibliothèque pour leur gestion des ressources bibliographiques,
- Mikhail GUSKOV et Frédéric SEGONDS pour m'avoir fait confiance en me faisant intervenir dans les modules d'enseignement dont ils sont responsables dans le cadre de mon monitorat aux Arts et Métiers à Paris.

Pour finir, je tiens à remercier les équipes de direction des laboratoires ainsi que tous les membres pour l'accueil lors de mes différentes campagnes d'essais et l'ambiance très conviviale. Je pense plus particulièrement aux doctorants et post-doctorants : Alexandre, Juan-Sebastian, Lucille, Adrien, Thiago, David, Mohamed, ainsi qu'à ceux avec qui j'ai eu le plaisir de partager un bureau : Wissam, Lam, Khalil au PIMM, Romain au LSPM, Komlan et Héloïse à l'I2M. Je remercie aussi mes amis Gadz'Arts Vincent, Thomas, Damien, Benjamin, mes amis bordelais Anne-Margaux et Maxime ainsi que ma famille pour leur soutien et leurs encouragements.

MONTRouGE, hiver 2015

Contact

Pour toute question ou remarque relative à ce document :

Nicolas MARTI
courriel : nicolas.marti@gadz.org

Glossaire

AFM	Microscopie/Microscope à force atomique <i>Atomic Force Microscopy/Microscope</i>
CC	Cubique Centré
CFC	Cubique à Faces Centrées
EBS	Diffraction des électrons rétro-diffusés <i>Electron BackScatter Diffraction</i>
HC	Hexagonal Compact
HCF	Fatigue à grand nombre de cycles <i>High Cycle Fatigue</i>
LCF	Fatigue à faible nombre de cycles <i>Low Cycle Fatigue</i>
MEB	Microscopie/Microscope Électronique à Balayage
MET	Microscopie/Microscope Électronique à Transmission
MO	Microscopie/Microscope Optique
PSB	Bandes persistantes de glissement <i>Persistent Slip Band</i>
SB	Bande de glissement <i>Slip Band</i>
VHCF	Fatigue à très grand nombre de cycles <i>Very High Cycle Fatigue</i>

Chapitre 0

Introduction générale

Sommaire

0.1	Contexte et objectif	1
0.2	Laboratoires partenaires	2
0.3	Démarche	3
0.4	Structure du manuscrit	4

0.1 Contexte et objectif

Depuis quelques années des considérations économiques et environnementales poussent les industriels à retarder le remplacement de certaines structures ce qui conduit à l'utilisation de ces dernières au-delà du temps initialement prévu lors de leur conception. Dans ce contexte la prédiction de la durée de vie en fatigue est essentielle pour évaluer la sûreté des installations industrielles (structures ferroviaires et aéronautiques dans le domaine du transport, conduites de gaz et cuves de réacteur nucléaire dans le domaine de l'énergie).

En ce sens, l'utilisation de machines de fatigue ultrasonique¹ (dont la fréquence de travail typique est de 20000 Hz) pour caractériser le comportement en fatigue des matériaux s'est répandue ces dernières années. En effet ces machines permettent d'atteindre le domaine des très grands nombres de cycles aussi appelé VHCF (pour *Very High Cycle Fatigue*) dans des délais réduits par rapport aux machines de fatigue conventionnelle² (dont la fréquence de travail est inférieure à 200 Hz). Le domaine VHCF est généralement défini pour un nombre de cycles $N > 10^7$ – 10^8 et succède aux domaines LCF et HCF (pour *Low/High Cycle Fatigue*) définis respectivement pour des nombres de cycles

1. Par abus de langage nous parlerons tout au long de ce manuscrit de fatigue ultrasonique pour désigner la fatigue sur machines ultrasoniques c'est-à-dire à des fréquences d'essais voisines de 20000 Hz.

2. De même, par abus de langage nous parlerons de fatigue conventionnelle pour désigner la fatigue sur machines conventionnelles c'est-à-dire à des fréquences d'essais inférieures à 200 Hz.

$N < 10^5$ et $10^5 < N < 10^7-10^8$ ³. Les machines de fatigue ultrasonique ont largement contribué à une meilleure connaissance du comportement en fatigue des matériaux dans le domaine VHCF. Des études assez récentes utilisant principalement ce type de machine [Mughrabi, 2006] [Sonsino, 2007] (et plus rarement des machines de fatigue conventionnelle [Sakai, 2009]) ont montré que des éprouvettes peuvent se rompre dans le domaine VHCF sous des contraintes bien inférieures à ce qui était jusqu'alors considéré comme la limite de fatigue du matériau généralement définie à 10^7 cycles⁴.

D'un point de vue industriel les essais de fatigue ultrasonique sont très intéressants car ils permettent un gain de temps significatif. Néanmoins leur utilisation comme méthode d'estimation de la durée de vie pose la question de l'impact de la fréquence sur les résultats. En effet, les alliages métalliques présentent un comportement sensible à la vitesse de déformation dans certaines conditions de sollicitation. Par ailleurs, les sollicitations cycliques de l'alliage induisent un échauffement du matériau qui peut modifier les mécanismes de déformation et donc les propriétés mécaniques. Ainsi, l'objectif de ce travail de thèse est d'analyser l'impact de la fréquence et de la température des essais de fatigue sur les mécanismes de déformation (microplasticité) précurseurs de l'initiation de fissures et plus précisément sur ces mécanismes à l'échelle du grain.

0.2 Laboratoires partenaires

Cette thèse a été financée par l'Agence Nationale de la Recherche dans le cadre du projet DISFAT⁵ (microplasticité et DISSipation d'énergie en FATigue à très grand nombre de cycles). Ce projet vise à explorer et développer de nouvelles techniques fondées sur des approches mécaniques ou énergétiques pour caractériser les mécanismes de fatigue dans le domaine VHCF.

Le travail présenté dans ce rapport de thèse a pu être réalisé grâce à la collaboration de trois laboratoires de recherche : le PIMM⁶, le département DuMAS⁷ de l'I2M⁸ et le LSPM⁹. Le PIMM et le LSPM ont chacun une thématique de recherche qui s'attache à comprendre le comportement thermo-mécanique des matériaux métalliques lors des procédés de fabrication ou en service et cela par des approches expérimentales, théoriques, numériques et à forte connotation micromécanique. Le PIMM dispose d'une machine de fatigue ultrasonique et de moyens d'observation en microscopie optique (MO) et à balayage (MEB). Le LSPM a des moyens d'observation en microscopie électronique à

3. Une présentation plus approfondie des différents domaines de la fatigue sera faite au début du chapitre 1.

4. La limite de fatigue est aussi appelée limite d'endurance.

5. Pour plus d'informations voir <http://pimm.paris.ensam.fr/disfat>.

6. Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux, situé sur le site des Arts et Métiers ParisTech, Paris.

7. Durabilité des Matériaux des Assemblages et des Structures, situé sur le site des Arts et Métiers ParisTech, Bordeaux.

8. Institut de Mécanique et d'Ingénierie, Bordeaux.

9. Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux situé sur le site de l'Université Paris 13, Villetaneuse.

balayage, à transmission (MET) et en diffraction des électrons rétro-diffusés (EBSD). Une des thématiques du département DuMAS s'intéresse plus spécifiquement aux problèmes d'endommagement des matériaux et des structures sous chargements cycliques, tant du point de vue expérimental que numérique. Le département a d'importants moyens d'essais en fatigue et notamment en fatigue conventionnelle.

0.3 Démarche

Ce travail de thèse s'intéresse au cas du cuivre pur polycristallin sollicité en traction-compression alternée et symétrique (soit pour un rapport de charge $R = -1$). Le choix de ce matériau sera justifié dans la suite du rapport et notamment à la fin du chapitre 1 – *Étude bibliographique*. Pour analyser l'effet de la fréquence des campagnes d'essais à différentes fréquences ont été menées, d'une part à basses fréquences à 10, 20 et 100 Hz avec une machine mécanique et électromagnétique à résonance et d'autre part à haute fréquence à 20000 Hz avec une machine de fatigue ultrasonique. Des mesures par thermographie infrarouge ont montré que dans des conditions de convection naturelle l'échauffement des éprouvettes au cours des essais de fatigue à basses fréquences est négligeable. Par contre il est nécessaire d'utiliser un système de refroidissement au cours des essais ultrasoniques bien que le cuivre ait une conductivité thermique élevée qui tend à réduire l'auto-échauffement lors des sollicitations cycliques. Cette précaution expérimentale garantit que les essais ultrasoniques soient faits de façon quasi-isotherme à une température proche de l'ambiante.

Dans un premier temps, l'effet de la fréquence sur la durée de vie en fatigue du cuivre pur polycristallin a été mis en évidence à travers la construction de la courbe de WÖHLER (ou courbe S-N) à différentes fréquences.

Dans un second temps, l'étude de l'effet de la fréquence s'est focalisée sur les mécanismes de microplasticité précurseurs de l'amorçage de fissures. Pour cela, des essais de fatigue à différentes fréquences ont été effectués dans des gammes d'amplitudes de contrainte et de nombre de cycles communes pour pouvoir comparer les résultats. Cette fois l'objectif de ces essais n'est pas d'aller jusqu'à la rupture des éprouvettes mais d'étudier les premiers signes de microplasticité qui conduisent à l'amorçage de fissures. Cette microplasticité se manifeste principalement sous forme de bandes de glissement à la surface des éprouvettes. De fait, l'une des difficultés de cette thèse est de quantifier ces signes de microplasticité car les grandeurs mécaniques ou énergétiques qui les caractérisent ont de très faibles intensités.

L'effet de la fréquence a été mis en évidence à travers la comparaison des résultats d'essais à basses et haute fréquences. Plusieurs critères ont été examinés comme :

- les morphologies en surface des bandes de glissement (dimensions, formes) et leurs positions en lien avec la microstructure,
- les seuils d'apparition des bandes de glissement en termes d'amplitudes de contrainte et de nombre de cycles,
- le développement des bandes de glissement en fonction du nombre de cycles,
- la répartition de la microplasticité dans les grains,

- les valeurs d'énergie dissipée au cours d'un cycle.

Au cours de ce rapport, nous nous appuyerons à plusieurs reprises sur les résultats des travaux de thèse de Ngoc-Lam PHUNG [Phung, 2012], ancien doctorant au PIMM et d'Antoine BLANCHE [Blanche, 2012], ancien doctorant au PIMM et au LMGC¹⁰. Tous deux ont étudié le comportement en fatigue ultrasonique du cuivre pur polycristallin, le premier avec une approche mécanique et microstructurale et le second avec une approche énergétique. Afin de pouvoir comparer leurs résultats à 20000 Hz aux nôtres obtenus à différentes fréquences il est important de souligner que le cuivre étudié dans cette thèse est identique à celui étudié dans leurs travaux et provient du même lot. De plus, les éprouvettes ont été préparées de façon identique.

0.4 Structure du manuscrit

Ce manuscrit s'organise en six chapitres principaux.

Le **chapitre 1** – *Étude bibliographique* présente dans un premier temps les mécanismes de microplasticité sous sollicitation cyclique et s'attache dans un second temps à l'effet de la fréquence d'abord sur la durée de vie puis sur les mécanismes de microplasticité.

Le **chapitre 2** – *Essais de fatigue et techniques d'observations et d'analyses* expose les moyens d'essais en fatigue utilisés ainsi que les techniques expérimentales pour leurs calibrations, le dimensionnement des éprouvettes, la quantification des sollicitations parasites, etc. Il présente aussi les moyens d'observations et d'analyses en microscopie ainsi que certains outils mis en place.

Le **chapitre 3** – *Matériau étudié et procédures de préparation* est consacré à la caractérisation microstructurale et mécanique du matériau d'étude ainsi qu'à la procédure de préparation des éprouvettes de fatigue comme une attention particulière est portée à leurs états de surface avant essais.

Le **chapitre 4** – *Durée de vie en fatigue du cuivre pur polycristallin – Apports des mesures de température pour l'étude du comportement en fatigue* traite dans un premier temps de l'effet de la fréquence sur la durée de vie en fatigue du cuivre polycristallin et étudie dans un second temps l'effet de la fréquence à travers des mesures de température.

Le **chapitre 5** – *Comparaison des mécanismes de microplasticité en fatigue conventionnelle et ultrasonique* caractérise les mécanismes de microplasticité à basses et hautes fréquences et établit des comparaisons à travers les différents critères mentionnés plus haut.

10. Laboratoire de Mécanique et Génie Civil, Montpellier.

Le **chapitre 6** – *Discussion générale* confronte les résultats de ce travail de thèse à ceux de la littérature et propose sur la base de ces résultats des hypothèses sur l'effet de la fréquence.

Le rapport se termine par une conclusion générale qui résume les principaux résultats de ce travail et présente quelques perspectives.

Chapitre 1

Étude bibliographique

Sommaire

1.1	Introduction	8
1.2	Introduction à la fatigue des matériaux métalliques	8
1.2.1	Généralités et définitions	8
1.2.2	Courbe de WÖHLER ou courbe S-N	11
1.2.3	Méthodes rapides d'estimation de la limite de fatigue	15
1.2.4	Amorçage de fissures dans les matériaux ductiles monophasés (matériaux de type I)	17
1.3	Mécanismes de déformation du cuivre pur	19
1.3.1	Modes de déformation en plasticité monotone	19
1.3.2	Glissement réversible et irréversible sous sollicitation cyclique	24
1.4	Localisation de la déformation plastique sous sollicitation cyclique	25
1.4.1	Bandes persistantes de glissement PSB	25
1.4.2	Modèles de formation des extrusions	28
1.4.3	Modèles de développement des extrusions	31
1.5	Effets de fréquence sur le comportement en fatigue	33
1.5.1	La question des effets de fréquence	33
1.5.2	Origines possibles des effets de fréquence	35
1.5.3	Courbes de WÖHLER du cuivre pur polycristallin	35
1.6	Mécanismes de microplasticité à basses et hautes fréquences	45
1.6.1	Seuils d'apparition des premières bandes de glissement et pre- mières bandes persistantes	45
1.6.2	Morphologie et sites d'apparition des bandes	49
1.6.3	Effets de l'environnement	51
1.7	Conclusion	55

1.1 Introduction

Ce premier chapitre dresse une synthèse bibliographique des effets de fréquence sur le comportement en fatigue du cuivre pur. Après une introduction à la fatigue des matériaux métalliques, les mécanismes de microplasticité sous sollicitation cyclique sont présentés. Les effets de fréquence sont par la suite abordés, d’abord à travers le comportement macroscopique en fatigue puis par analyses du relief en surface.

1.2 Introduction à la fatigue des matériaux métalliques

1.2.1 Généralités et définitions

Les essais de fatigue

Les progrès dans le domaine de la fatigue des matériaux et des structures ont été significatifs depuis les premiers travaux d’August WÖHLER au XIX^{ème} siècle. Les moyens d’essais disponibles de nos jours permettent de réaliser une grande variété d’essais en jouant par exemple sur la nature du chargement, sa variation dans le temps, sa fréquence, le milieu environnant, etc.

L’essai le plus classique est celui de traction-compression, sinusoïdal, d’amplitude et valeur moyenne constantes (voir figure 1.1). Il vise à obtenir un état de contrainte dont l’évolution en fonction du temps est donnée par l’équation :

$$\sigma(t) = \sigma_a \sin(\omega t) + \sigma_m$$

où σ_a désigne l’amplitude de la contrainte (elle sera simplement notée σ dans la suite du document), σ_m la contrainte moyenne et ω la pulsation qui s’exprime en fonction de la fréquence du chargement f par $\omega = 2\pi f$. Le rapport de charge R est défini par $R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}}$ avec σ_{\min} la contrainte minimale et σ_{\max} la contrainte maximale.

Sauf spécification contraire, les résultats d’essais rapportés dans cette étude bibliographique ainsi que ceux réalisés dans ce travail de thèse concernent des sollicitations de traction-compression, sinusoïdale, alternée et symétrique, d’amplitude constante, c’est-à-dire $\sigma_m = 0$ et $R = -1$. Ce type de sollicitation est majoritairement étudié car il constitue le premier type d’essais de fatigue généralement réalisé avant d’aborder des problématiques plus complexes (effet de la contrainte moyenne, effet de multiaxialité, etc). De plus, les moyens d’essais disponibles pour la réalisation d’essais de fatigue à haute fréquence sous chargements complexes sont encore au stade de développement ce qui explique que la grande majorité des résultats trouvés dans la littérature sont obtenus pour des chargements uniaxiaux.

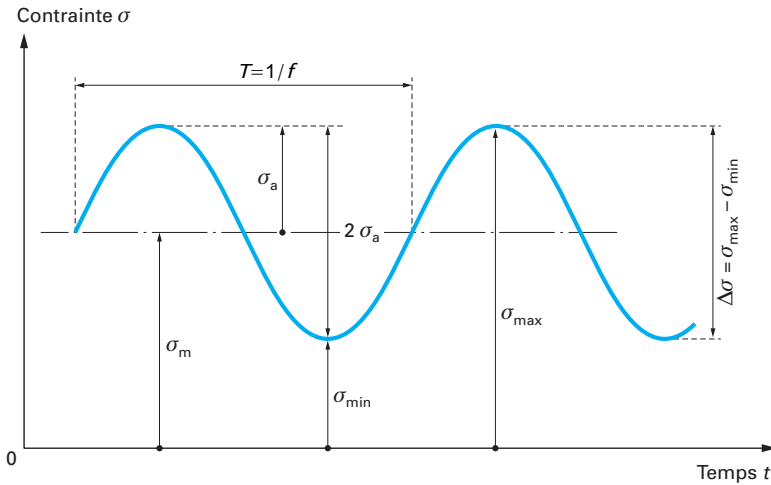
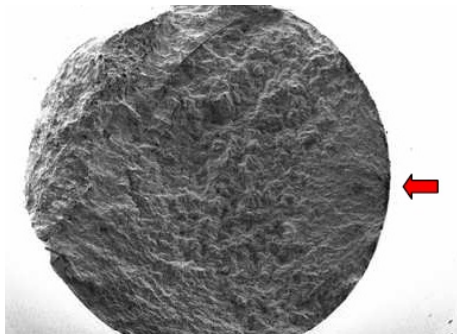


Figure 1.1 – Paramètres utilisés pour décrire un chargement uniaxial, sinusoïdal, d’amplitude et valeur moyenne constantes. Adapté de [Rabbe et al., 2000].

Matériaux de type I et matériaux de type II

La dénomination matériaux de type I et matériaux de type II est proposée dans [Mughrabi, 2002]. Elle vise à classer les matériaux en deux catégories selon leur microstructure et les mécanismes d’amorçage de fissure en fatigue à très grand nombre de cycles aussi appelée VHCF et pour laquelle $N > 10^7$ – 10^8 cycles (ce point sera détaillé section 1.2.2) :

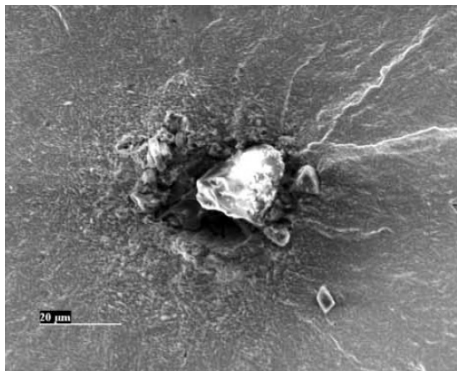
- **les matériaux de type I** sont les métaux et alliages monophasés ductiles qui ne contiennent ni précipités ni inclusions. C’est le cas par exemple des métaux purs de structure cubique faces centrées. Les observations des faciès de rupture après fatigue VHCF révèlent que pour ces matériaux les fissures s’amorcent principalement à la surface des éprouvettes (voir figure 1.2a). En fatigue à faible nombre de cycles (LCF) l’amorçage de fissures se produit également en surface (ce point sera développé section 1.2.4).
- **les matériaux de type II** sont les métaux et alliages ayant une microstructure plus complexe ; ils contiennent des « défauts » c’est-à-dire des précipités ou des inclusions non métalliques. Ce sont aussi les alliages multiphasés. Les aciers à hautes caractéristiques mécaniques sont typiques de cette catégorie. Pour ces matériaux les fissures en fatigue VHCF s’amorcent principalement en sous-surface ou dans le volume de l’éprouvette au niveau d’un défaut ou d’une hétérogénéité microstructurale (voir figure 1.2b). En revanche, en fatigue à faible nombre de cycles l’amorçage de fissures pour les matériaux de type II se produit en surface [Chai, 2006] [Chai & Zhou, 2013] [Sakai, 2009].



(a) Faciès de rupture pour un matériau de type I : le cuivre pur polycristallin ($f = 20000$ Hz, $\sigma = 101$ MPa, $R = -1$, $N_r = 2,1 \cdot 10^9$ cycles) [Phung, 2012] [Phung et al., 2014]. La fissure s'amorce en surface.



(b) Faciès de rupture pour un matériau de type II : l'acier 42CrMo4 ($f = 20000$ Hz, $\sigma = 760$ MPa, $R = -1$, $N_r = 5,75 \cdot 10^8$ cycles) [Bathias et al., 2001]. La fissure s'amorce dans le volume au niveau d'une inclusion d'aluminium. Ce faciès typique est appelé oeil de poisson.



(c) Vue agrandie de l'inclusion d'aluminium.

Figure 1.2 – Exemples de faciès de rupture pour un matériau de type I (figure (a)) et un matériau de type II (figures (b) et (c)).

1.2.2 Courbe de WÖHLER ou courbe S–N

Description

La durée de vie en fatigue est représentée au moyen de la **courbe de WÖHLER** ou **courbe S–N** pour *Stress – Number of cycles* qui porte la contrainte maximale appliquée en fonction du nombre de cycles au bout duquel la rupture ou l’amorçage d’une fissure principale se produisent. Cette courbe est définie pour un rapport de charge R fixé. Le nombre de cycles à rupture noté N_f ou N_r peut-être décomposé de la façon suivante :

$$N_r = N_i + N_p$$

avec N_i le nombre de cycles nécessaire pour amorcer une fissure et N_p celui correspondant à la propagation de cette fissure principale jusqu’à la rupture. Il est généralement admis que la phase d’amorçage de fissures représente la plus grande part de la durée de vie, aussi bien en fatigue à grand nombre de cycles (HCF) qu’en fatigue à très grand nombre de cycles (VHCF). Cette caractéristique est valable pour les matériaux ductiles monophasés [Mughrabi, 2002] mais elle a été plus largement mise en évidence dans le cas des aciers, où il a été montré que $N_i \simeq 0,9 \times N_r$ [Bathias & Paris, 2005] [Wagner et al., 2009]. L’allure d’une courbe de WÖHLER en fatigue conventionnelle est représentée sur la figure 1.3. Le nom de **fatigue conventionnelle** fait référence à des essais réalisés avec des moyens d’essais dit conventionnels ; ce sont par exemple les machines hydrauliques ou à résonance électro-magnétique (vibrophone). Ces machines ont des fréquences de travail inférieures à 200 Hz. Les essais sont donc conduits jusqu’à 10^7 – 10^8 cycles au maximum car au-delà les durées d’essais seraient trop importantes (par exemple à 100 Hz il faut environ 12 jours pour atteindre 10^8 cycles).

Trois domaines peuvent être identifiés sur la courbe de WÖHLER [Rabbe et al., 2000] :

- I : domaine de la **fatigue plastique oligocyclique**. Sous de fortes contraintes supérieures à la limite d’élasticité R_e et proches de la contrainte à rupture quasi-statique R_m , la rupture survient après un faible nombre de cycles et est précédée d’une déformation plastique notable. Ce domaine est également appelé domaine de la **fatigue à faible nombre de cycles** ou **LCF** pour *Low Cycle Fatigue*.
- II : **zone de fatigue ou d’endurance limitée**. La rupture est atteinte après un nombre limité de cycles, nombre qui croît quand la contrainte décroît.
- III : **zone d’endurance illimitée**. Sous de faibles contraintes, la rupture ne se produit pas avant 10^7 – 10^8 cycles. On considère généralement que la courbe de WÖHLER présente une asymptote horizontale, plus ou moins marquée suivant les matériaux, définissant la **limite de fatigue ou d’endurance σ_D en HCF**. En deçà de cette valeur il est supposé n’y avoir jamais rupture par fatigue quel que soit le nombre de cycle appliqué. La limite de fatigue est à distinguer de la **résistance à la fatigue $\sigma_D(N_r)$** qui désigne la contrainte à rupture pour un nombre de cycle N_r donné. La limite de fatigue (ou les valeurs de résistance à la fatigue) sont utilisées dans les critères de dimensionnement des pièces mécaniques sollicitées en fatigue (critères de CROSSLAND ou de DANG VAN par exemple). Ce domaine et le précédent sont également appelés domaine de la **fatigue à grand nombre de cycles** ou

HCF pour *High Cycle Fatigue*.

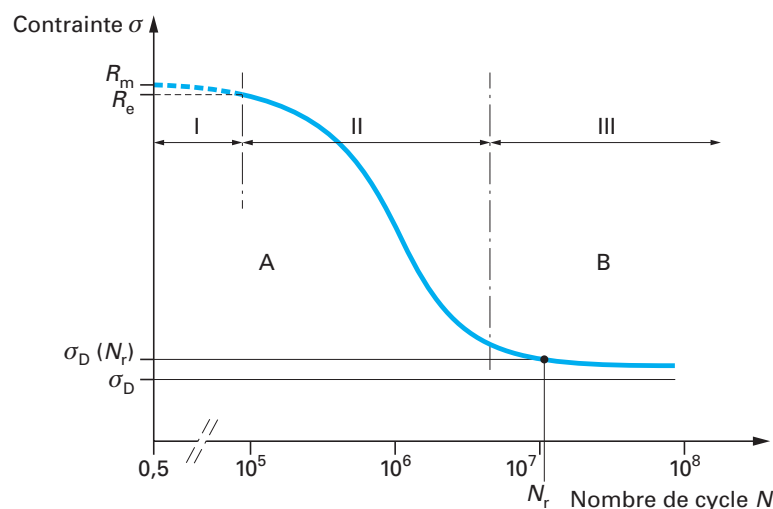


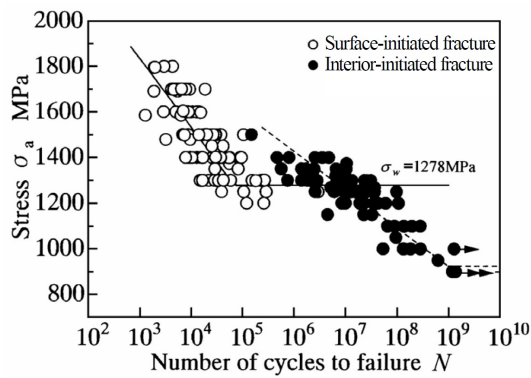
Figure 1.3 – Allure d’une courbe de WÖHLER en fatigue conventionnelle mettant en évidence trois domaines de la fatigue I, II et III [Rabbe et al., 2000].

Des travaux menés à plus grand nombre de cycles ont montré que des ruptures par fatigue peuvent survenir à des amplitudes de contrainte inférieures à la limite de fatigue σ_D en HCF et ceci pour de nombreux matériaux. Ces ruptures ont lieu pour des nombres de cycles supérieurs à 10^7 – 10^8 [Sakai et al., 2010]. À titre d’exemple, deux courbes de WÖHLER de l’acier à roulement SUJ2 sont représentées ci-dessous : en flexion rotative¹ (voir figure 1.4a) et en traction-compression (voir figure 1.4b). Celles-ci montrent que la forme de la courbe de WÖHLER dépend de la sollicitation². De plus, les domaines LCF/HCF et VHCF se distinguent clairement par le site d’amorçage de fissures ; en surface en LCF/HCF et en sous-surface ou dans le volume en VHCF comme déjà indiqué pour les matériaux de type II.

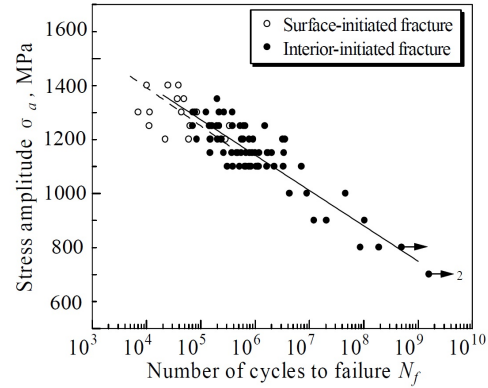
Le développement ces dernières décennies des machines de **fatigue ultrasonique** travaillant à des fréquences de 20000 ou 30000 Hz a permis de systématiser les études en fatigue VHCF. Dans des temps d’essais raisonnables il est possible d’atteindre 10^{11} cycles soit trois décades de plus qu’avec les moyens d’essais conventionnels. Les essais avec des machines de fatigue ultrasonique montrent également un changement du lieu d’amorçage de fissures dans le cas des matériaux de type II. [Mughrabi, 2002] a proposé

1. En flexion rotative l’amplitude de contrainte est nulle au centre des éprouvettes et augmente linéairement en s’approchant de la surface où elle est maximale.

2. La différence d’allure en flexion rotative et en traction-compression est associée à la présence d’un gradient de contrainte en flexion. En effet, à la différence de la sollicitation de traction-compression, l’amplitude de contrainte reportée en abscisse pour les résultats de flexion ne correspond pas à l’amplitude de contrainte locale au niveau de la zone d’amorçage dans le cas des amorçages internes.



(a) En flexion rotative pour $R = -1$ et $f = 52,5$ Hz (c'est l'amplitude de contrainte en surface qui est portée sur l'axe des ordonnées).



(b) En traction-compression pour $R = -1$ et $f = 80$ Hz.

Figure 1.4 – Courbes de WÖHLER de l'acier SUJ2 [Sakai, 2009].

de représenter les courbes de WÖHLER sous la forme d'une courbe présentant plusieurs domaines (voir figure 1.5). Cette courbe schématisée est valable pour les matériaux de type I et II. Les annotations *surface* et *internal cracks* font référence aux matériaux de type II. Comme il a été vu précédemment dans le cas des matériaux de type I le site d'amorçage de fissures ne change pas et se trouve à la surface des éprouvettes. En pratique, l'allure de cette courbe dépend du matériau considéré, du mode de sollicitation et les différents domaines sont plus ou moins marqués. Il faut préciser que les causes physiques sous-jacentes à l'allure générale de cette courbe et aux transitions entre les différents domaines ne sont pas toujours comprises. Aux domaines I, II et III définis précédemment en fatigue conventionnelle font suite les domaines IV et V. Ces derniers constituent à eux deux le domaine de la **fatigue gigacyclique** ou **fatigue à très grand nombre de cycles** aussi appelée **VHCF** ou encore **UHCF** pour *Very or Ultra High Cycle fatigue*. Leurs caractéristiques sont les suivantes :

- IV : dans ce domaine les amplitudes de contrainte sont inférieures à la limite de fatigue définie en HCF néanmoins la rupture survient pour un nombre de cycles supérieur à 10^7 – 10^8 cycles.
- V : sous de faibles contraintes la rupture ne se produit pas avant 10^{11} cycles et la courbe de WÖHLER présente de nouveau une asymptote horizontale définissant la **limite de fatigue en VHCF**. Il faut préciser que la question de l'existence d'une telle limite de fatigue au-delà de 10^{11} cycles est d'actualité et reste controversée [Bathias et al., 2001] [Sonsino, 2007].

Il faut préciser que les courbes de WÖHLER sont parfois représentées avec l'amplitude de déformation plastique ϵ_{pl} en ordonnée comme le montre la figure 1.5. L'objectif d'une telle représentation est d'établir des liens entre les amplitudes de déformations plastiques lors des essais à rupture et celles nécessaires à l'apparition de bandes de glissement en surface par exemple. Les amplitudes de déformations plastique dans le cadre des essais

à grand et très grands nombres de cycles restent cependant relativement délicates à mesurer, rendant une telle représentation difficile.

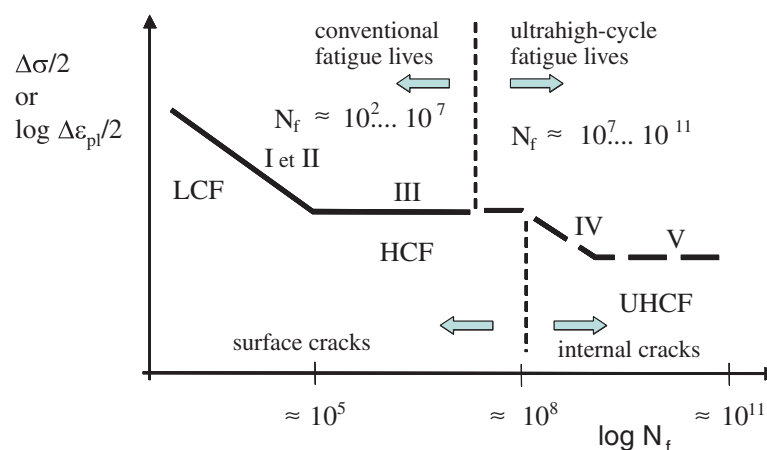


Figure 1.5 – Représentation schématique d'une courbe de WÖHLER mettant en évidence les cinq domaines I, II, III, IV et V de la fatigue. Cette représentation est valable aussi bien pour les matériaux de type I que pour ceux de type II. Adapté de [Mughrabi, 2006].

La fatigue ultrasonique est une technique efficace pour déterminer le comportement des matériaux dans le domaine des très grands nombres de cycles. Néanmoins son utilisation pose la question de l'effet de la fréquence du chargement sur les résultats obtenus. Dans ce travail de thèse nous nous intéressons plus précisément à l'effet de la fréquence sur les mécanismes précurseurs de l'amorçage de fissures.

Aspect non déterministe des résultats d'essais de fatigue

Il est bien connu que les résultats des essais de fatigue sont dispersés ; pour des éprouvettes issues d'un même lot de matériau et sollicitées à une amplitude de contrainte identique il faut s'attendre à observer autant de durées de vie différentes qu'il y a d'éprouvettes. Les causes de cette dispersion peuvent être classées en trois catégories [Lieurade, 2008] :

- celles internes au matériau en raison de l'hétérogénéité de la microstructure.
- celles liées à la préparation des éprouvettes. À titre d'exemple les opérations d'usinage, de traitement thermique et de préparation de surface ne peuvent être reproduites de façon rigoureusement identiques.
- celles extérieures aux éprouvettes. Ces causes comprennent notamment les incertitudes de montage sur les machines d'essais et les incertitudes lors de l'application du chargement.

Un traitement statistique peut être réalisé afin de représenter la courbe de WÖHLER pour une probabilité de survie P_s c'est-à-dire que pour une amplitude de contrainte fixée

la probabilité de survie jusqu'à la durée de vie indiquée par la courbe est de P_s . Pour réaliser ce traitement statistique il est généralement admis que [Robin et al., 2010] :

- dans le domaine de l'endurance limitée les valeurs de durée de vie pour une amplitude de contrainte fixée suivent une loi de probabilité log-normale,
- au-delà de ce domaine les valeurs de l'inverse de la durée de vie pour une amplitude de contrainte fixée suivent une loi de probabilité log-normale.

L'expression analytique de la loi de probabilité log-normale fait intervenir deux paramètres ; l'espérance (ou moyenne) et l'écart-type. Ceux-ci peuvent être aisément identifiés à partir des résultats expérimentaux obtenus par exemple avec la méthode de l'escalier. Connaissant l'expression analytique de cette loi de probabilité il est possible de représenter les courbes de WÖHLER pour n'importe quelle probabilité de survie (voir figure 1.6). En général et en l'absence de précision elles sont représentées pour une probabilité de survie de 0,5.

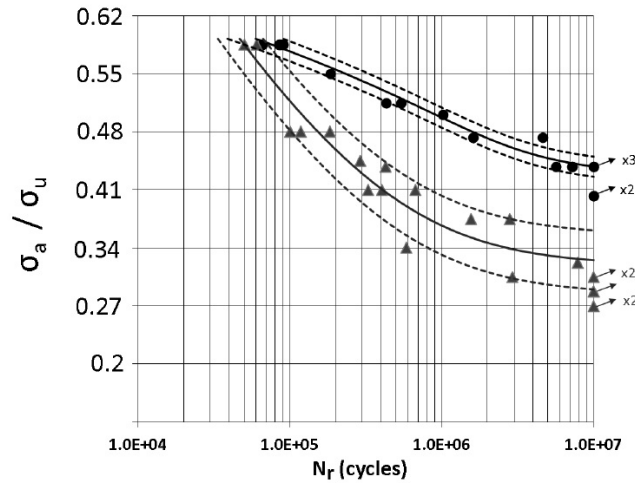


Figure 1.6 – Courbes de WÖHLER de l'acier X12CrNiMoV13-3 (utilisé dans l'aéronautique), • : sous air, ▲ : en milieu corrosif ($f = 120$ Hz, $R = -1$) [El May, 2013]. Les traits continus représentent les courbes de WÖHLER pour une probabilité de survie de 50 %. Les traits discontinus situés au-dessus et en-dessous représentent respectivement la courbe de WÖHLER pour une probabilité de survie de 10 % et 90 %. Pour raisons de confidentialité les amplitudes de contrainte ont été adimensionnées.

1.2.3 Méthodes rapides d'estimation de la limite de fatigue

Deux méthodes permettent d'estimer rapidement la limite de fatigue d'un matériau. La première consiste à réaliser des essais à haute fréquence comme les essais de fatigue ultrasonique abordés précédemment. La seconde est fondée sur une approche énergétique et consiste à réaliser des essais dits d'auto-échauffement à des fréquences d'essai conventionnelles [Luong, 1998] [Doudard et al., 2004] [Munier, 2012]. Pour cela, une éprouvette est soumise à des blocs de chargement de quelques milliers de cycles. L'amplitude de

contrainte est constante au cours de chaque bloc et celle-ci est augmentée au bloc suivant. Pour chaque bloc de chargement la température stabilisée de l'éprouvette est évaluée et il est observé qu'au-dessus d'une certaine amplitude de contrainte la température croît de façon significative. Cette hausse de température est associée à une activité microplastique qui engendre une dissipation intrinsèque traduisant un dépassement de la limite de fatigue. Cette méthode est illustrée figure 1.7 dans le cas d'un acier. Dans un premier temps la limite de fatigue à 10^7 cycles en flexion rotative a été estimée à 399 MPa avec des essais de fatigue de 10^7 cycles à 100 Hz. Dans un second temps la limite de fatigue a été estimée à partir de mesures de température et du calcul de la dissipation intrinsèque (nous verrons au chapitre 4 comment la dissipation intrinsèque peut être calculée à partir de la mesure de la température stabilisée). Deux séries d'essais ont été réalisées ; la première avec des blocs de chargement de 3000 cycles et la seconde avec des blocs de 6000 cycles. Les essais de fatigue ont également été fait en flexion rotative à 100 Hz. La limite de fatigue est associée au changement de pente de la courbe de dissipation intrinsèque et peut être estimée à 374 MPa ce qui est en bon accord avec le résultat obtenu avec les essais de fatigue de 10^7 cycles. Ces essais d'auto-échauffement permettent un gain de temps significatif pour déterminer une limite de fatigue car d'une part une seule éprouvette est nécessaire et d'autre part la durée des essais est courte comme les blocs de chargement ne font que quelques milliers de cycles.

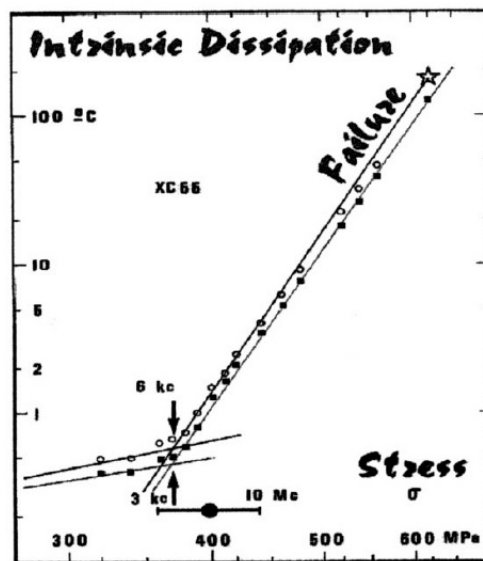


Figure 1.7 – Estimation de la limite de fatigue de l'acier XC 55 ($f = 100$ Hz) à partir de mesures de température et du calcul de la dissipation intrinsèque [Luong, 1998]. Les nombres de cycles des blocs de chargement ont été fixés à ■ : 3000 cycles et ○ : 6000 cycles. La limite de fatigue a été estimée à 374 MPa avec des essais d'auto-échauffement. Elle a été estimée à 399 MPa avec des essais de 10^7 cycles.

1.2.4 Amorçage de fissures dans les matériaux ductiles monophasés (matériaux de type I)

L'amorçage de fissures de fatigue dans les matériaux ductiles monophasés résulte de déformations plastiques localisées en surface. Cette localisation se manifeste sous la forme de bandes de glissement qui sont aussi appelées SB (pour *Slip Band*). Certaines sont qualifiées de bandes persistantes de glissement, aussi appelées PSB, (pour *Persistent Slip Band*) quand elles présentent les deux caractéristiques suivantes :

1. elles contiennent une structure de dislocation en échelle qui permet d'accomoder les déformations [Mughrabi, 1978] (cet aspect sera détaillé par la suite section 1.4.1),
2. si les bandes de glissement formées sont « effacées » par polissage électrolytique puis si l'éprouvette est de nouveau sollicitée les bandes de glissement dites persistantes réapparaissent au même endroit ce qui montre qu'elles proviennent de la mise en place de structures particulières en profondeur sous la surface. Cette seconde caractéristique peut-être considérée comme une conséquence de la première [Buque, 2001].

Les bandes de glissement qui ne présentent pas ces deux caractéristiques seront appelées SB.

Le rôle des PSB sur la durée de vie en fatigue a été mis en évidence pour du cuivre pur polycristallin par un essai de fatigue interrompu à plusieurs reprises afin de polir électrolytiquement l'éprouvette pour effacer les bandes de glissement. Il en résulte que la durée de vie est doublée par rapport à un essai réalisé sans effacer les bandes de glissement [Thompson et al., 1955]. Dans les matériaux ductiles monophasés l'amorçage de fissures peut survenir au niveau des PSB ou au niveau des joints de grains/macles en raison de leurs interactions avec les PSB [Suresh, 1998].

Amorçage au niveau d'une PSB Dans le cas du cuivre les PSB ont une largeur de l'ordre de $1\ \mu\text{m}$ (ce qui correspond à environ 3500 plans atomiques) et sont accompagnées par un relief en surface composé d'extrusions et d'intrusions. Les intrusions sont similaires à des micro-entailles qui créent localement des concentrations de contrainte augmentant le glissement local et favorisant ainsi l'amorçage de fissure [Suresh, 1998] (voir figure 1.8). Contrairement à la représentation schématique de la figure 1.8, dans une bande de glissement l'extrusion est majoritaire et les intrusions sont concentrées aux interfaces PSB/matrice où la déformation est fortement localisée ; ces interfaces constituent donc des sites privilégiés pour l'amorçage de fissures (voir figure 1.9). Ces phénomènes ont été particulièrement mis en évidence en fatigue LCF et HCF à des fréquences d'essais de quelques dizaines de hertz sur des monocristaux de cuivre [Hunsche & Neumann, 1986] [Ma & Laird, 1989] et par des observations au MET pour du cuivre polycristallin [Katagiri et al., 1977]. En fatigue VHCF à des fréquences d'essais voisines de 20000 Hz certaines fissures s'amorcent au niveau des PSB [Mughrabi, 2002] mais l'amorçage peut aussi se produire au niveau des joints de grains/macles.

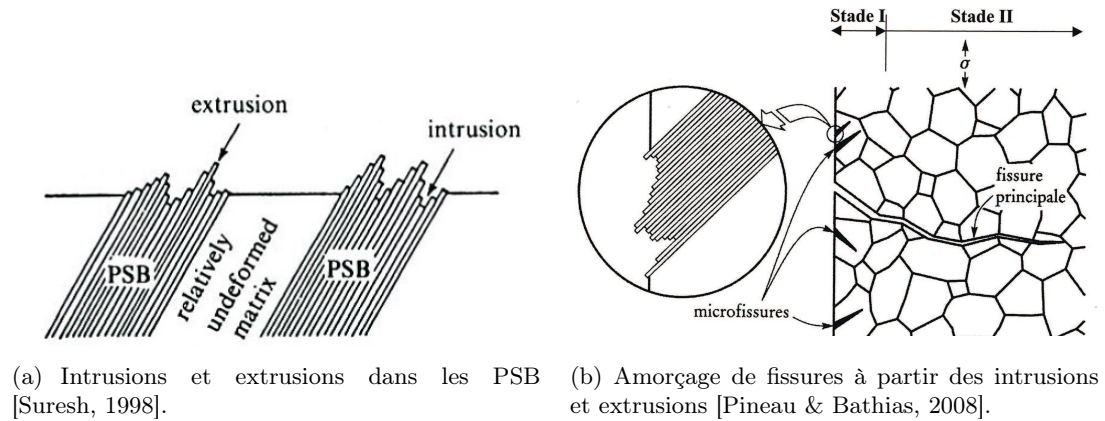


Figure 1.8 – Amorçage de fissures de fatigue à partir de PSB situées dans les grains (vues en coupe).

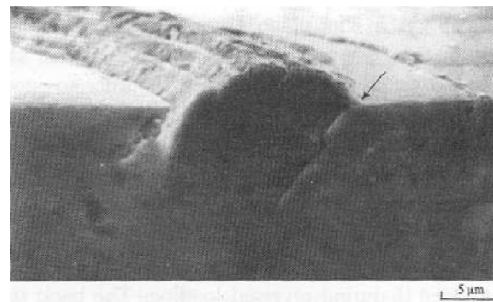


Figure 1.9 – Amorçage d'une fissure de fatigue à l'interface PSB/matrice pour du cuivre pur (la fissure est repérée par une flèche) [Ma & Laird, 1989].

Amorçage du à l'interaction entre les joints de grains/macles et les PSB

L'amorçage de fissures aux joints de grains/macles s'explique par l'interaction entre ces joints et les PSB. Cet aspect a été largement étudié en fatigue LCF et HCF à des fréquences d'essais conventionnelles. Les joints de grains et en particulier les joints entre deux grains fortement désorientés et les joints triples sont des sites préférentiels pour l'amorçage de fissures [Pineau & Antolovich, 2011] [Zhang et al., 2011]. En effet, ils créent des concentrations de contraintes locales dues aux incompatibilités de déformation et à l'anisotropie cristalline (celle-ci est considérée élevée pour le cuivre, son coefficient d'anisotropie $a = \frac{2C_{44}}{C_{11}-C_{12}} = 3,3$ alors qu'il vaut 1 pour un matériau isotrope). Ces contraintes locales activent des systèmes de glissement secondaires qui favorisent l'amorçage de fissures. Outre ces glissements locaux au voisinage d'un joint de grains, les intersections de PSB situées au sein d'un grain avec le joint de grains contribuent à initier des fissures [Kim & Laird, 1978]. Les études sur du cuivre sollicité en fatigue VHCF à des fréquences d'essais voisines de 20000 Hz sont beaucoup moins nombreuses

que celles à des fréquences d'essais conventionnelles. Les quelques travaux montrent que les fissures s'amorcent très majoritairement aux joints de grains/macles plutôt qu'au niveau des PSB [Awatani et al., 1975]. Ce constat est cohérent avec les travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] qui montrent que la fissure de fatigue principale s'amorce à un joint de grains. De plus, il y est suggéré dans ces travaux que la présence de bandes de glissement au relief prononcé (environ $1\ \mu\text{m}$) le long des joints de macles puisse être à l'origine de l'amorçage de fissures aux joints de macles.

En conclusion, cette première partie a montré que la formation des bandes de glissement et des PSB est le mécanisme précurseur de l'amorçage de fissures dans les matériaux ductiles monophasés. Pour comprendre les effets de fréquence sur la durée de vie en fatigue il est nécessaire de s'intéresser plus précisément aux mécanismes de formation de ces bandes, c'est l'objet de la partie suivante.

1.3 Mécanismes de déformation du cuivre pur

1.3.1 Modes de déformation en plasticité monotone

Le glissement cristallographique

La déformation plastique des solides cristallins résulte du glissement de dislocations. Une dislocation est caractérisée par un vecteur de BÜRGERS \vec{b} (il indique la direction de glissement de la matière), un vecteur tangent \vec{t} à la ligne de dislocation (la ligne n'est pas nécessairement rectiligne), un plan d'habitat de normale $\vec{n} = \vec{t} \wedge \vec{b}$ et une direction de glissement portée par le vecteur \vec{g} . Une dislocation présente un caractère coin si \vec{b} et \vec{t} sont orthogonaux, vis si \vec{b} et \vec{t} sont colinéaires et mixte dans les autres cas. Comme l'énergie potentielle élastique d'une dislocation tend à être minimale, le vecteur de BÜRGERS est le plus petit possible. Celui-ci est donc parallèle aux directions denses ; ce sont les directions $\langle 110 \rangle$ dans le cas des matériaux CFC. Lorsqu'une dislocation glisse dans un cristal elle doit franchir des pics énergétiques périodiques dus aux interactions avec les atomes du réseau cristallin. Cette résistance qu'oppose le réseau au mouvement des dislocations est modélisée par une force dite de frottement de réseau (aussi appelée force de PEIERLS-NABARRO) dont l'intensité décroît exponentiellement avec la distance interréticulaire des plans de glissement [Thomas & Schmitt, 2002]. Ceci explique que les dislocations glissent préférentiellement dans les plans à grande distance interréticulaire c'est-à-dire dans les plans denses [Martin, 2000] ; ce sont les plans $\{111\}$ dans le cas des matériaux de structure CFC. Pour ces matériaux, la contrainte de cisaillement associée à cette force est de l'ordre de 10^{-6} à $10^{-5} \times G$ où G désigne le module de cisaillement et elle est considérée négligeable [Hull & Bacon, 2001] aux regards des valeurs qu'elle atteint dans certaines structures cristallographiques, $10^{-2} \times G$ dans la structure diamant par exemple.

La combinaison (\vec{n}, \vec{m}) d'un plan de glissement et d'une direction de glissement (de la matière) constitue un système de glissement ; il y en a douze pour les matériaux CFC. Pour que le système de glissement i s'active il faut que la cisssion résolue τ_i sur ce système

atteigne une valeur critique τ_c appelée cission critique initiale :

$$\tau_i = \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{R}_i \geq \tau_c \quad \text{avec } i \in \{1, \dots, 12\}$$

où $\boldsymbol{\sigma}$ désigne le tenseur des contraintes associé au chargement et \mathbf{R}_i le tenseur de SCHMID défini par $\mathbf{R}_i = \frac{1}{2}(\vec{n}_i \otimes \vec{m}_i + \vec{m}_i \otimes \vec{n}_i)$.

Les glissements γ_j sur les j systèmes actifs permettent d'accommoder les déformations plastiques macroscopiques :

$$\boldsymbol{\epsilon}^P = \sum_{\substack{j \\ \text{systèmes} \\ \text{actifs}}} \gamma_j \mathbf{R}_j$$

L'observation de la surface d'un échantillon de cuivre pur polycristallin déformé plastiquement sous sollicitation monotone montre la présence de lignes de glissement. Une ligne de glissement a une hauteur de quelques centaines de nanomètres et correspond à l'émergence de plusieurs milliers de dislocations. Ces lignes s'associent en bandes de glissement qui constituent des zones où la déformation est localisée, entre ces bandes le matériau est peu déformé. Cette localisation de la déformation sous chargement monotone ne sera pas détaillée davantage car elle sort du cadre de cette thèse.

Glissement planaire et glissement dévié

Le plan de glissement d'une dislocation coin est défini de manière unique car son vecteur tangent et son vecteur de BÜRGERS sont orthogonaux (voir paragraphe précédent). Une dislocation coin ne peut donc pas changer de plan de glissement, excepté par le phénomène de montée qui met en jeu le transport de matière par diffusion et qui ne se produit qu'à haute température ($T > \frac{T_f}{2}$ avec T_f la température de fusion). En revanche, le plan de glissement d'une dislocation vis n'est pas défini. Au cours d'une déformation elle peut donc changer de plan de glissement ; il s'agit du glissement dévié. Le système de glissement primaire (correspondant au système ayant le facteur de SCHMID maximal) et le système dévié ont la même direction de glissement mais des plans de glissement différents.

Le glissement dévié a un rôle clé sur le mode de déformation d'un matériau. Si le glissement dévié est difficile à activer le mode de glissement est planaire et les bandes de glissement apparaissent droites. Si le glissement dévié s'active facilement le mode de glissement n'est plus planaire et les bandes de glissement sont plus ondulées pouvant présenter des marches. La capacité d'un métal pur à se déformer par glissement dévié est conditionnée par l'énergie de faute d'empilement γ_{SF} (*Stacking Fault Energy*). Dans un réseau CFC le passage d'une dislocation de vecteur de BÜRGERS \vec{b}_1 défini par $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ et glissant dans un plan $\{111\}$ a pour effet de faire glisser le plan B sur le plan A sous-jacent (voir figure 1.10). Il paraît énergétiquement plus facile que les atomes du plan B passent par les creux du plan A pour suivre le trajet $B \rightarrow C \rightarrow B$. Pour minimiser son énergie une dislocation de vecteur de BÜRGERS \vec{b}_1 peut donc se dissocier en deux dislocations de vecteurs de BÜRGERS \vec{b}_2 et \vec{b}_3 définis respectivement par $\frac{a}{6}\langle 211 \rangle$ et $\frac{a}{6}\langle 12\bar{1} \rangle$. Ces dislocations sont appelées dislocations partielles de SHOCKLEY car leurs vecteurs de BÜRGERS ne

correspondent pas à une translation du réseau. En conséquence, ces dislocations créent une faute d'empilement et elles sont séparées par un ruban de faute d'empilement. Par définition l'énergie de faute d'empilement γ_{SF} (en $J.m^{-2}$) désigne l'augmentation d'énergie par unité de surface due à cette perturbation locale du réseau cristallin. Cette énergie tend à rapprocher ces dislocations tandis que l'interaction élastique tend à les éloigner. À l'équilibre elles sont séparées par une distance l donnée par [Read, 1957] :

$$l = \frac{Gb^2}{4\pi\gamma_{SF}}$$

Cette relation permet de faire le lien entre les modes de glissement et l'énergie de faute d'empilement³ [ASM, 1996]. Pour qu'une dislocation vis dissociée dévie il faut tout d'abord que les partielles se recombinent. Cette recombinaison est d'autant plus facile que l est petite donc que γ_{SF} est grande. L'énergie de faute d'empilement du cuivre est de 40 mJ.m^{-2} et est considérée comme élevée par comparaison avec d'autres matériaux ; le glissement n'est donc pas planaire [Li et al., 2011].

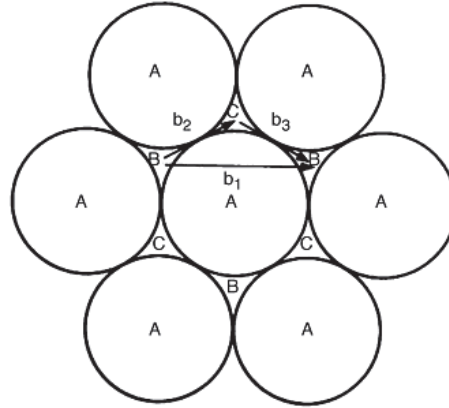


Figure 1.10 – Dissociation d'une dislocation parfaite en deux partielles pour un réseau CFC [ASM, 1996]. Le plan atomique A est un des plans $\{111\}$. Les lettres B et C désignent les positions des atomes des deux plans atomiques situés de part et d'autre de A.

Il existe plusieurs modèles décrivant le glissement dévié des dislocations vis [Caillard & Martin, 2003] mais le modèle le plus connu et cohérent vis-à-vis des observations expérimentales est celui de FRIEDEL et ESCAIG [Escaig, 1968] [Bonneville et al., 1988]. Dans ce modèle le glissement dévié se produit à partir d'une constriction sur une dislocation vis dissociée (une constriction désigne une zone ponctuelle où la dislocation vis n'est pas dissociée en raison d'un obstacle par exemple, voir figure 1.11a). Sous l'action du chargement les deux moitiés A et B de cette constriction peuvent se séparer permettant le passage d'une portion AB dans le plan de déviation (voir figure 1.11b). Il est supposé que cette portion AB se dissocie immédiatement dans

3. Cette relation permet aussi de calculer l'énergie de faute d'empilement d'un matériau à partir de la mesure de la largeur l du ruban de faute par microscopie électronique à transmission.

le plan de déviation dès qu'elle commence à se former. Pour une séparation AB assez grande, la configuration devient instable, A et B s'éloignent et la boucle AB se développe dans le plan de déviation sous l'influence de contraintes (voir figure 1.11c).

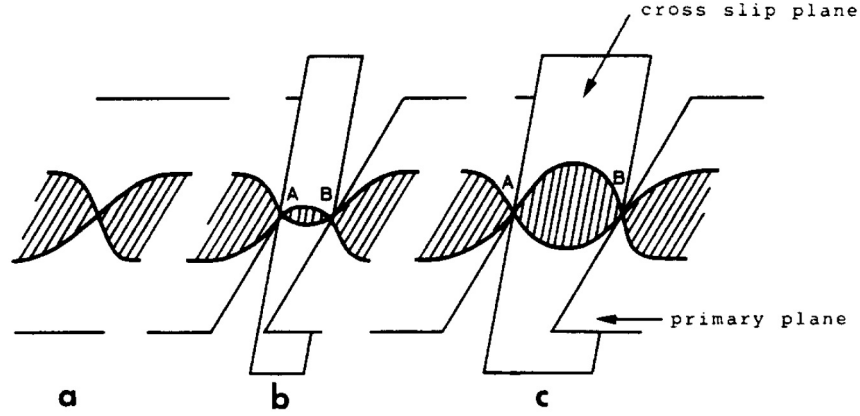


Figure 1.11 – Étapes successives du glissement dévié d'après le modèle de FRIEDEL et ESCAIG [Bonneville et al., 1988].

Le glissement dévié est un mécanisme thermiquement activé c'est-à-dire que la probabilité qu'il s'active augmente quand la température augmente ou quand le temps laissé pour l'activation de ce mécanisme augmente [Hull & Bacon, 2001]. Dans les simulations en dynamique discrète des dislocations, l'activation du glissement dévié est traitée comme un processus aléatoire. Une probabilité de glissement dévié P prenant en compte les influences du temps t et de la température T est calculée à chaque pas de temps par la formule [Déprés, 2004] :

$$P = \beta \frac{l}{l_0} \frac{\delta t}{t_0} \exp \left(\frac{\tau_{\text{dév}}(t) - \tau_{III}(T)}{kT} V_{\text{act}} \right) \quad (1.1)$$

avec :

- β un coefficient de normalisation assurant que P est comprise entre 0 et 1.
- $\frac{l}{l_0}$ le rapport de la longueur du segment vis considéré l sur une longueur de référence l_0 (cette longueur de référence est prise égale à $1 \mu\text{m}$).
- $\frac{\delta t}{t_0}$ le rapport du pas de temps δt sur un temps de référence t_0 (ce temps de référence est pris égal à 1 s). Il faut préciser que le pas de temps est choisi de façon empirique pour assurer une cinématique correcte des segments dislocations (il est fixé à $2 \cdot 10^{-10}$ s).
- $\tau_{\text{dév}}(t) - \tau_{III}(T)$ compare la cission résolue sur le plan dévié $\tau_{\text{dév}}$ à une cission de référence. Cette cission de référence est prise égale à la cission de début d'apparition du stade III τ_{III} en traction monotone. Pour le cuivre elle est fonction de la température et vaut $\tau_{III}(T) = G (1,8 \cdot 10^{-3} - 2,98 \cdot 10^{-6} T)$ où G représente le module de cisaillement.

- k la constante de BOLTZMANN.
- V_{act} le volume d'activation (égal à $300b^3$ dans le cas du cuivre où b représente le vecteur de BÜRGERS).

La question du maclage

Dans le cas où les glissements cristallographiques ne suffisent pas pour accommoder la déformation plastique macroscopique la déformation par maclage est susceptible de s'activer. Les macles dites mécaniques qui apparaissent sous l'effet d'un chargement mécanique sont à distinguer des macles thermiques qui sont créées lors de l'élaboration du matériau ou d'un traitement thermique. L'activation de la déformation par maclage dans le cuivre pur polycristallin soumis à une sollicitation mécanique est principalement gouvernée par quatre paramètres [Huang et al., 2006] :

- la température,
- la vitesse de déformation,
- la déformation plastique,
- la taille de grains.

Dans le but de prédire les transitions entre la déformation par glissement cristallographique et par maclage des simulations prenant en compte ces quatre paramètres ont été réalisées [Meyers et al., 2001]. Les résultats montrent que pour une taille de grain de $10\ \mu\text{m}$ (proche de celle étudiée dans ce travail de thèse) le maclage apparaît à température ambiante pour une vitesse de déformation de $100\ \text{s}^{-1}$ et une déformation plastique de 0,8 (voir figure 1.12). Cette valeur de déformation plastique est environ 10^5 fois supérieure à celles mises en jeu dans les domaines de la fatigue HCF et VHCF. Cependant, en fatigue la déformation plastique cumulée peut atteindre des valeurs bien plus élevées. À notre connaissance il n'existe pas de travaux concernant l'effet de la déformation plastique cumulée et plus généralement l'effet d'une déformation cyclique sur l'activation de la déformation par maclage. Le glissement cristallographique sera donc le seul mode de déformation envisagé.

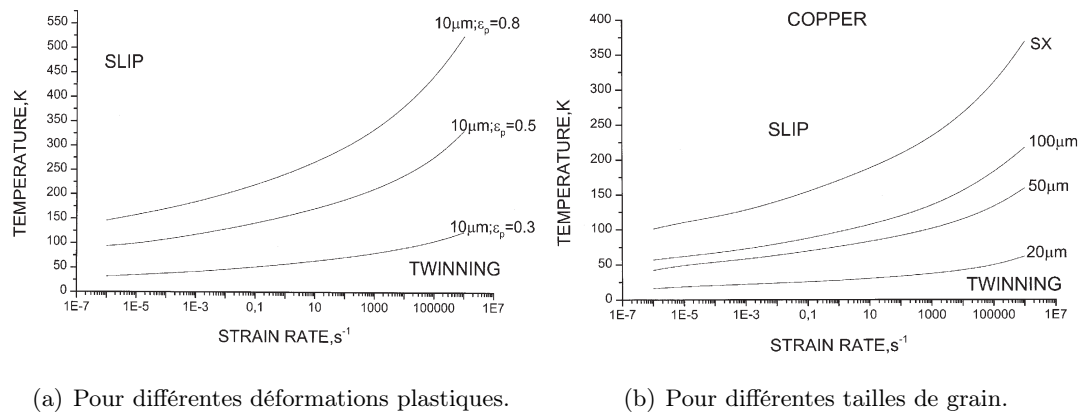


Figure 1.12 – Transitions glissement cristallographique – maclage calculées pour le cuivre pur polycristallin [Meyers et al., 2001].

1.3.2 Glissement réversible et irréversible sous sollicitation cyclique

L'observation des surfaces d'éprouvettes sollicitées par un chargement cyclique montre des bandes de glissement. Ceci révèle qu'une partie du glissement est « irréversible ». Si le glissement était « réversible », les marches créées lors des phases de traction auraient été effacées lors des phases de compression et aucune bande de glissement ne devrait être observée après un nombre entier de cycles. Il faut noter que les termes réversible et irréversible pour qualifier le glissement ont une connotation mécanique et sont utilisés par abus de langage dans la communauté des mécaniciens au sens de recouvrable et non recouvrable. D'un point de vue thermodynamique le glissement est toujours irréversible puisqu'il donne lieu à une dissipation d'énergie.

Plusieurs facteurs peuvent favoriser l'irréversibilité du glissement [Suresh, 1998] :

- le glissement dévié des dislocations vis ; celles-ci peuvent changer de plan de glissement au cours d'un cycle.
- les interactions entre dislocations ; les dislocations peuvent par exemple entraver le mouvement d'autres dislocations pendant une partie d'un cycle.
- la production de défauts ponctuels et en particulier de lacunes ; à saturation cyclique il y a équilibre entre la création et l'annihilation des dislocations.
- l'environnement ; l'adsorption d'une espèce chimique fragilisante ou l'oxydation d'une bande de glissement sont susceptibles de réduire le glissement lors du glissement inverse.

En conclusion, cette partie a exposé les mécanismes de déformation du cuivre pur polycristallin sous sollicitation monotone et cyclique. Elle a notamment montré que le glissement cristallographique est le seul mode de déformation à considérer dans le cadre des essais de fatigue qui seront réalisés dans cette étude. De plus, elle a mis en évidence le rôle du glissement dévié sur la microplasticité en fatigue. Le glissement dévié et les in-

teractions entre dislocations contribuent au réarrangement des dislocations au cours des cycles afin de minimiser l'énergie élastique globale du système. Cet aspect est davantage détaillé dans la partie suivante consacrée à la localisation de la déformation plastique sous sollicitation cyclique.

1.4 Localisation de la déformation plastique sous sollicitation cyclique

1.4.1 Bandes persistantes de glissement PSB

Les sollicitations cycliques conduisent rapidement à une localisation de la déformation plastique pour des niveaux de déformation beaucoup plus faibles qu'en sollicitations monotones. La présence de bandes de glissement en surface et la formation de structures de dislocations hétérogènes en sous-surface témoignent de cette localisation. Cette localisation est considérée comme un aspect néfaste en fatigue car le matériau doit accommoder localement toute la déformation qui lui est macroscopiquement imposée.

La localisation de la déformation plastique a été mise en évidence par [Mughrabi, 1978] avec la courbe d'écrouissage cyclique établie pour du cuivre pur monocristallin sollicité à température ambiante et favorablement orienté pour le glissement simple (c'est-à-dire que le facteur de SCHMID de l'un des 12 systèmes de glissement atteint la valeur maximale de 0,5). Les essais ont été faits à amplitude de glissement plastique imposée γ_{pl} sur le système actif pour une fréquence de l'ordre de 0,15 Hz. Pour chaque amplitude γ_{pl} imposée la valeur de la cission résolue τ_S sur le système après saturation de l'écrouissage est relevée⁴. La courbe du cuivre est présentée sur la figure 1.13, elle comprend trois stades distincts :

- stade A ($\gamma_{pl} \leq 6.10^{-5}$) : la cission résolue augmente rapidement avec la déformation plastique,
- stade B ($6.10^{-5} \leq \gamma_{pl} \leq 7,5.10^{-3}$) : ce stade caractérisé par une cission résolue constante de 28 MPa marque l'apparition et le développement des PSB,
- stade C ($7,5.10^{-3} \leq \gamma_{pl}$) : la cission résolue réaugmente de nouveau avec la déformation plastique.

Les caractéristiques de ces stades sont détaillées ci-après à partir des publications de [Mughrabi, 1978] [Mughrabi et al., 1979] et [Laird et al., 1986]. Les structures de dislocations sont présentées par des clichés pris au MET selon le plan (111), selon le plan ($\bar{1}\bar{2}1$) pour lequel le plan de glissement (111) est debout et qui contient le vecteur \vec{b} et selon ($\bar{1}13$).

4. En pratique la mise en oeuvre d'un essai d'écrouissage cyclique à amplitude de glissement plastique imposée nécessite la « mesure » de la force F et de la déformation totale ϵ . L'amplitude de glissement plastique et la cission résolue associée s'en déduisent à partir des relations $\sigma = \frac{F}{S}$, $\tau = \mu\sigma$ avec μ le facteur de SCHMID et $\sigma = E(\epsilon - \mu\gamma_{pl})$ (sous l'hypothèse des petites perturbations). Le signal de consigne est triangulaire pour que la vitesse de déformation soit constante.

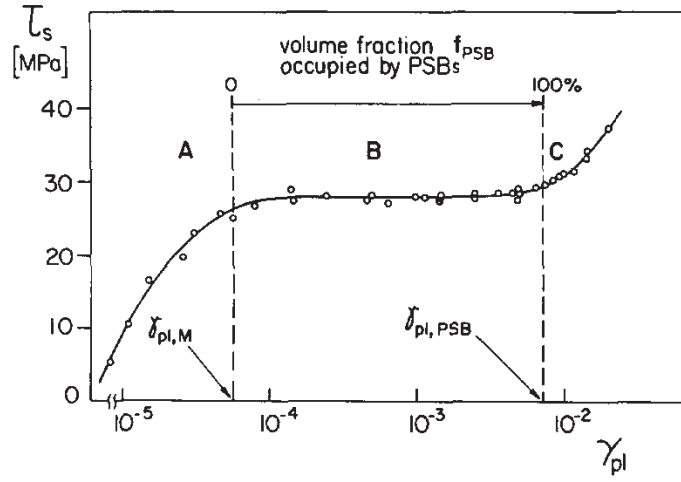


Figure 1.13 – Courbe d’écrouissage cyclique du cuivre pur monocristallin [Laird et al., 1986]. Le système de glissement actif a pour plan de glissement (111), vecteur de BÜRGERS $\frac{1}{2}[\bar{1}01]$ et l’axe du chargement correspond à $[\bar{1}4,49,9]$.

Stade A – Structure *loop patch* Au cours de ce stade les observations en surface par microscopie optique ne révèlent pas de PSB. La structure de dislocations est formée de paquets denses et irréguliers de dislocations appelés *loop patches* ou veines selon le plan d’observation (voir figure 1.14a). Ceux-ci sont composés de dislocations coins en configuration de multipole et sont séparés par des régions de faible densité de dislocations appelées canaux. Avec l’augmentation du glissement plastique γ_{pl} cette structure devient plus dense et la cission à saturation nécessaire pour accommoder ce glissement augmente. À l’échelle du micron la déformation peut être considérée homogène.

Stade B – Structure en échelle À partir de $\gamma_{pl} = 8.10^{-5}$ les PSB apparaissent et sont clairement détectables en surface. Elles se développent quand le glissement plastique croît et sont parallèles les unes aux autres. La structure de dislocations du stade A évolue en structure en échelle ou en murs caractéristiques des PSB (comme vu section 1.2.4). Ces murs sont constitués de dipôles de dislocations coin et sont séparés par des canaux. Ces structures sont entourées par une matrice qui a une structure de dislocation identique à celle décrite dans le stade A (voir figures 1.14b et 1.17). Entre le début et la fin du stade B la cission à saturation est constante et la fraction volumique de PSB augmente ce qui montre que le glissement plastique est accommodé par les PSB. Contrairement au stade A la déformation n’est plus répartie de manière homogène mais est localisée dans les PSB. Le glissement plastique accommodé par les PSB vaut $\gamma_{pl,PSB} = 7,5.10^{-3}$; c’est environ 100 fois plus que celui accommodé par la matrice $\gamma_{pl,M} = 6.10^{-5}$.

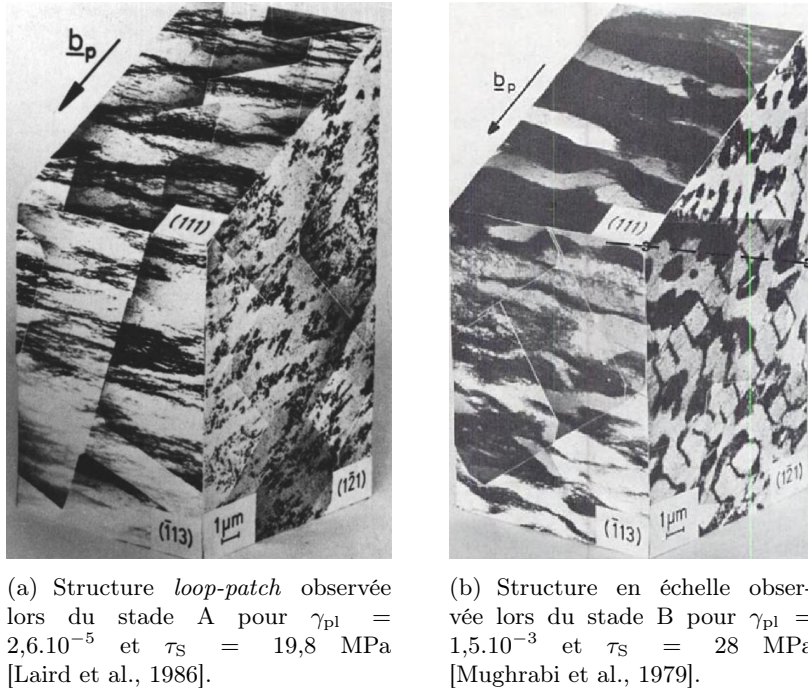


Figure 1.14 – Structures de dislocations observées dans du cuivre monocristallin lors des stades A et B.

Stade C – Structure en cellules Au tout début du stade C la fraction volumique de PSB atteint 100 %, un changement de structure de dislocations est donc nécessaire pour accommoder les glissements plastiques appliqués. Au cours du stade C les dislocations s'arrangent en cellules allongées (voir figure 1.15) ce qui est particulièrement visible sur la coupe suivant $(1\bar{2}1)$. Cette structure de dislocations est plus complexe que les précédentes en raison de dislocations dites secondaires liées à l'activation de plusieurs systèmes de glissement sous l'effet des fortes amplitudes de glissement plastique. À l'échelle de la dizaine de micron l'arrangement des dislocations est plus homogène qu'au stade B ce qui révèle une distribution de la déformation plus homogène.

Il faut préciser que la forme de la courbe d'écrouissage cyclique d'un monocristal de cuivre ainsi que les structures de dislocations associées dépendent de l'orientation du cristal [Li et al., 2010] [Li et al., 2011]. Dans le cas du cuivre polycristallin la courbe d'écrouissage cyclique ne présente pas de plateau horizontal et les structures de dislocations observées sont globalement analogues à celles du cuivre monocristallin décrites précédemment [Mughrabi & Wang, 1981]. Des PSB avec une structure de dislocations en échelle sont observées pour des amplitudes de contraintes normales comprises entre 56 et 124 MPa (ce point sera davantage détaillé section 1.6.1).

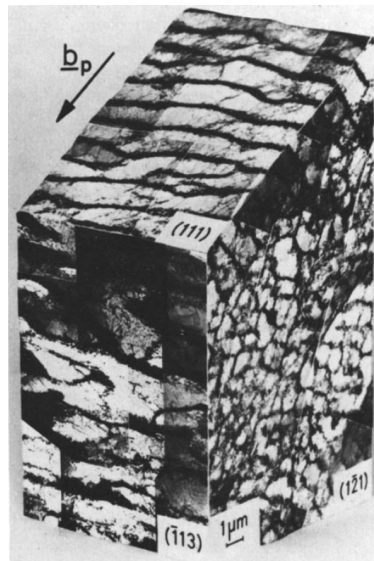


Figure 1.15 – Structure en cellules observée dans du cuivre monocristallin lors du stade C pour $\gamma_{pl} = 1,45 \cdot 10^{-2}$ [Laird et al., 1986].

1.4.2 Modèles de formation des extrusions

Il existe plusieurs modèles pour décrire l'évolution du relief au niveau des PSB. Trois modèles sont présentés ci-après. Ils sont fondés sur les connaissances acquises sur le comportement en fatigue de monocristaux de cuivre mais peuvent être transposés à d'autres matériaux. Ces modèles sont construits à partir de deux mécanismes principaux :

- la production et la diffusion de lacunes dans les PSB,
- l'irréversibilité du glissement.

Modèles fondés sur la production et la diffusion de lacunes

Modèle EGM I Ce modèle (baptisé EGM car proposé par ESSMANN, GÖSELE et MUGHRABI) prend principalement en compte la production de lacunes dans les PSB, la diffusion de lacunes n'est considérée qu'à haute température ou confinée à des régions étroites à l'interface PSB/matrice. Ce modèle est fondé sur l'annihilation des dislocations coins. Deux dislocations coins qui glissent l'une vers l'autre sur deux plans distincts peuvent s'annihiler à condition que la distance entre ces plans soit inférieure à une distance critique. Cette annihilation crée soit une lacune soit un interstitiel (les termes de dipole lacunaire ou interstitiel sont également utilisés). Ceux-ci sont produits essentiellement dans les régions où la densité de dislocations coin est importante c'est-à-dire dans les murs des PSB. La production de lacunes dilate la PSB et à l'inverse la production d'interstitiels la comprime ce qui explique en partie la formation d'extrusions et d'intrusions [Mughrabi, 2009] (voir figure 1.16). Il a été estimé que le nombre de dipôles lacunaires est deux fois supérieur au nombre de dipôles interstitiels car la formation de ces derniers nécessite davantage d'énergie. Ceci explique que le relief en surface est majoritairement

constitué par des extrusions et non par des intrusions. La diffusion de lacunes est responsable de la croissance des extrusions à haute température et de la création d'extrusions à l'interface PSB/matrice.

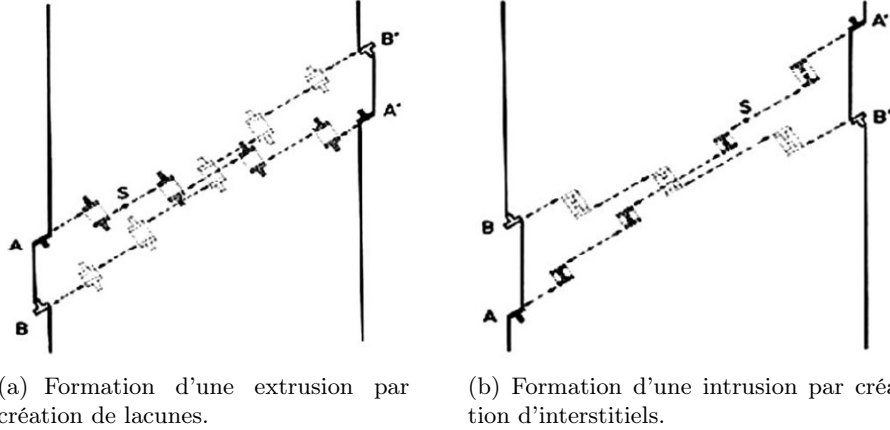


Figure 1.16 – Formation d'extrusions et d'intrusions d'après le modèle EGM I [Mughrabi, 2009].

Modèle de POLÁK [Polák, 1987] a proposé une variante du modèle EGM I qui prend en compte la production et la diffusion de lacunes au sein de la PSB mais également entre la PSB et la matrice (ce modèle renforce le rôle de la diffusion de lacunes). Cette variante est fondée sur les hypothèses suivantes [Polák & Man, 2014] :

- les lacunes sont produites non seulement dans les murs des PSB mais aussi dans les canaux,
- les lacunes produites dans les canaux migrent vers la matrice et inversement des atomes migrent de la matrice vers les PSB conduisant à une augmentation du volume de matière et formant l'extrusion,
- les lacunes ayant migré vers les PSB sont remplacées par de nouvelles lacunes produites dans les PSB.

Ceci entraîne une redistribution continue de la matière entre les PSB et la matrice. Ce modèle permet d'expliquer non seulement la présence d'une extrusion mais aussi de deux intrusions en surface à l'interface PSB/matrice (voir figure 1.17).

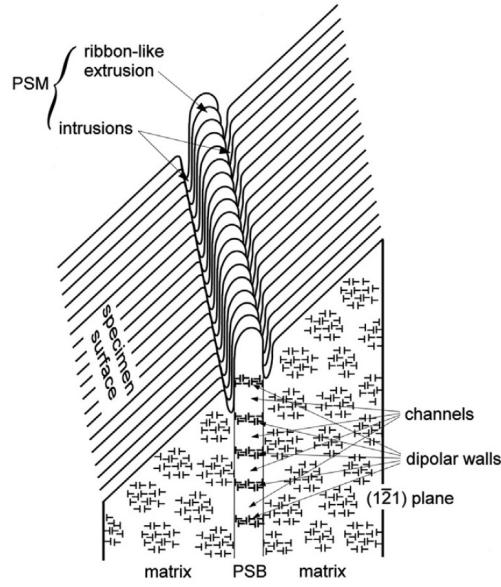


Figure 1.17 – Prédiction du relief de surface d'après le modèle de POLÁK [Polák & Man, 2014].

Modèle fondé sur l'irréversibilité du glissement

Modèle EGM II Ce modèle est une variante du modèle EGM I puisqu'il suppose en plus que la formation d'extrusions et d'intrusions est une conséquence du glissement irréversible des dislocations. L'avantage de ce modèle par rapport au précédent est de pouvoir prédire les intrusions et extrusions au sein des PSB (voir figure 1.18) [Liu, 2013].

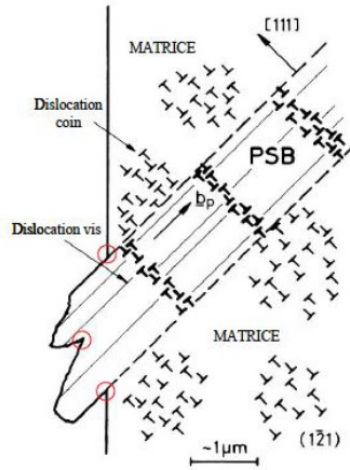


Figure 1.18 – Formation d'extrusions et d'intrusions d'après le modèle EGM II [Liu, 2013].

1.4.3 Modèles de développement des extrusions

Modèle fondé sur la production et la diffusion de lacunes

Un modèle analytique de production et diffusion de lacunes a été proposé par [Polák & Sauzay, 2009]. Ce modèle permet de calculer l'évolution des hauteurs h des extrusions avec le nombre de cycles N . Il est montré que :

$$\frac{dh}{dN} = \frac{2pL}{w} \sqrt{\frac{D_V \tau}{A}} \operatorname{th} \left(\frac{w}{2} \sqrt{\frac{A}{D_V \tau}} \right) \quad \text{avec} \quad D_V = \sqrt{6} b^2 \nu \exp \left(\frac{-E_M}{kT} \right)$$

où p représente le taux de production de lacunes, L la profondeur de la PSB, w sa largeur, D_V la diffusivité de lacunes, τ l'inverse de la fréquence de sollicitation, A le coefficient d'annihilation de lacunes, b la distance entre deux atomes voisins, ν la fréquence de DEBYE, E_M l'énergie de migration d'une lacune ou d'un atome, k la constante de BOLTZMANN et T la température absolue.

Deux cas extrêmes sont distingués :

- à moyenne ou haute température, quand la diffusion de lacunes est importante : $\frac{dh}{dN} = pL$,
- à plus basse température, quand la diffusion de lacune est faible : $\frac{dh}{dN} = \frac{2pL}{w} \sqrt{\frac{D_V \tau}{A}}$.

Ces relations montrent qu'à moyenne ou haute température la cinétique de croissance des extrusions ne dépend pas directement de la fréquence de sollicitation alors qu'à plus basse température elle en dépend. Les plages de température pour lesquelles ces deux formules sont valables ne sont pas directement précisées dans l'article. Elles dépendent notamment de la fréquence de sollicitation. Pour en avoir un ordre de grandeur, nous les avons estimées à partir des paramètres matériaux mentionnés pour le cuivre. Pour une fréquence d'essai de 100 Hz, la première relation est valable pour des températures supérieures à 650 K et la seconde pour des températures inférieures à 450 K.

Modèle fondé sur l'irréversibilité du glissement

L'évolution du relief de surface avec le nombre de cycles a été étudiée à partir de résultats de simulations en dynamique discrète des dislocations (DDD) dans les travaux de [Déprés, 2004]. Ces travaux ne donnent pas d'informations directes sur l'évolution des hauteurs des extrusions mais ils présentent l'intérêt de quantifier l'évolution du degré d'irréversibilité du glissement. Ce degré d'irréversibilité est quantifié à travers une déformation plastique accumulée sur la surface d'un grain notée $\gamma_{p,irr,cum}^{surf}$ et définie comme l'aire des marches à la surface du grain, ces marches étant générées par l'émergence de dislocations, divisée par l'aire du grain. L'évolution de cette quantité avec le nombre de cycles N est décrite par l'équation :

$$\gamma_{p,irr,cum}^{surf}(N) = k \frac{h_g}{D_g} \epsilon^p \sqrt{N}$$

où h_g représente la profondeur du grain, D_g le diamètre du grain, ϵ^p l'amplitude de déformation plastique et k une constante. Il faut souligner que ces résultats obtenus à partir

de simulations en DDD pour environ trente cycles ne sont pas toujours extrapolables à un grand nombre de cycles. Néanmoins ces résultats coïncident avec les résultats expérimentaux pour les premiers milliers de cycles [Déprés, 2004].

Les travaux de [Differt et al., 1986] proposant un modèle de l'évolution de la rugosité de surface au niveau des PSB à partir de glissements aléatoires irréversibles conduisent également à un relief proportionnel à la racine carrée du nombre de cycles. Une approche numérique en ce sens a aussi été menée par [Rosenbloom & Laird, 1993]. Il existe une forte parenté entre ces modèles fondés sur le cumul cycles après cycles de glissements de signe opposés et partiellement irréversibles.

Observations expérimentales

Des observations expérimentales ont montré que les morphologies des extrusions et intrusions au niveau des PSB dépendent notamment de la température [Basinski & Basinski, 1989] [Bayerlein & Mughrabi, 1991] [Man et al., 2010], du nombre de cycles [Dickson et al., 1987] et de paramètres microstructuraux comme les orientations des grains [Bayerlein & Mughrabi, 1991]. En revanche les morphologies sont indépendantes de l'environnement [Basinski & Basinski, 1989] (ce point sera abordé plus loin).

Concernant les hauteurs des extrusions, des mesures par AFM sur de l'acier inoxydable 316L ont montré qu'elles dépendent notamment de la température [Man et al., 2010] et du nombre de cycles [Man et al., 2003]. Il a en particulier été montré que la vitesse de croissance des extrusions est élevée au début du cyclage puis elle tend à diminuer et à se stabiliser. De plus, les hauteurs des extrusions sont proportionnelles à la largeur des PSB et à la taille de grain mais sont indépendantes des orientations des grains par rapport à l'axe de chargement [Man et al., 2002] .

Les travaux de [Risbet et al., 2003] sur un alliage de nickel ont montré que les fissures de fatigue s'initient quand la hauteur des extrusions atteint une valeur critique. Ce résultat montre que des approches microscopiques prédisant l'amorçage de fissures à l'échelle des extrusions et des PSB peuvent ainsi définir des critères d'endurance [Pedersen & Winter, 1982] [Brown & Ogin, 1985]. En ce sens, les travaux récents de [Sangid et al., 2011] proposent une modélisation plus unifiée de l'amorçage de fissures au niveau des PSB en incluant notamment les propriétés microstructurales : taille de grain, orientations des grains, propriétés des joints de grains, etc.

En conclusion, cette partie a présenté dans le cas du cuivre pur la localisation de la déformation plastique sous forme de PSB ainsi que le rôle des lacunes et de l'irréversibilité du glissement sur la formation et le développement avec le cyclage du relief des PSB en surface. L'objet des parties suivantes est d'analyser les effets de fréquence, d'abord sur le comportement macroscopique en fatigue puis à l'échelle des PSB.

4. Les travaux de [Man et al., 2002] fournissent des informations quantitatives sur les hauteurs des extrusions. Il faut préciser que dans certains cas la hauteur des extrusions est prise dans la direction du vecteur de BÜRGERS et non perpendiculairement à la surface

1.5 Effets de fréquence sur le comportement en fatigue

1.5.1 La question des effets de fréquence

La question des effets de fréquence sur les courbes de WÖHLER est d'actualité et reste très controversée. Certains matériaux ne présentent pas ou peu d'effet de fréquence : c'est le cas par exemple de l'alliage de nickel Udimet 500 (CFC) utilisé dans les moteurs de turbines à gaz [Bathias & Paris, 2005], de l'alliage d'aluminium AlZnMgCu1.5 (CFC) utilisé dans l'aéronautique et l'automobile [Mayer et al., 2001] et du titane (HC) également utilisé dans l'aéronautique et l'automobile [Papakyriacou et al., 2001]. D'autres matériaux sont sensibles à la fréquence : c'est le cas par exemple du tantale (CC) utilisé dans les centrales nucléaires [Papakyriacou et al., 2001] et d'un acier à 0,13 % de carbone [Tsutsumi et al., 2009].

À titre d'exemple les courbes de WÖHLER de deux matériaux métalliques sont présentées figures 1.19 et 1.20. La première concerne l'acier 100C6 (acier à roulements) pour des fréquences d'essais de 30 Hz, 20000 Hz et 30000 Hz [Bathias, 2014]. Les essais à 20000 et 30000 Hz ont été fait avec une machine de fatigue ultrasonique. À de telles fréquences l'échauffement du matériau n'est pas négligeable. Pour s'affranchir des effets de la température, les essais ultrasoniques ont été refroidis avec de l'air ce qui permet de maintenir la température des éprouvettes inférieure à 30 °C. Ces résultats montrent que ce matériau n'est pas sujet à un effet de fréquence. La seconde courbe est celle d'un acier bas carbone (à 0,13 %) pour des fréquences de 10 Hz et 20000 Hz [Tsutsumi et al., 2009]. Pour limiter l'échauffement des éprouvettes lors des essais ultrasoniques, les essais ont été refroidis avec de l'air et le chargement a été appliqué par pulses c'est à dire que les essais ont été arrêtés régulièrement (le principe de fonctionnement des machines de fatigue ultrasonique à pulses est présenté dans le chapitre 2, section 2.2.1). La température des éprouvettes est ainsi inférieure à 35 °C. Malgré des conditions expérimentales comparables, les auteurs concluent que ce matériau est sujet à un effet de fréquence.

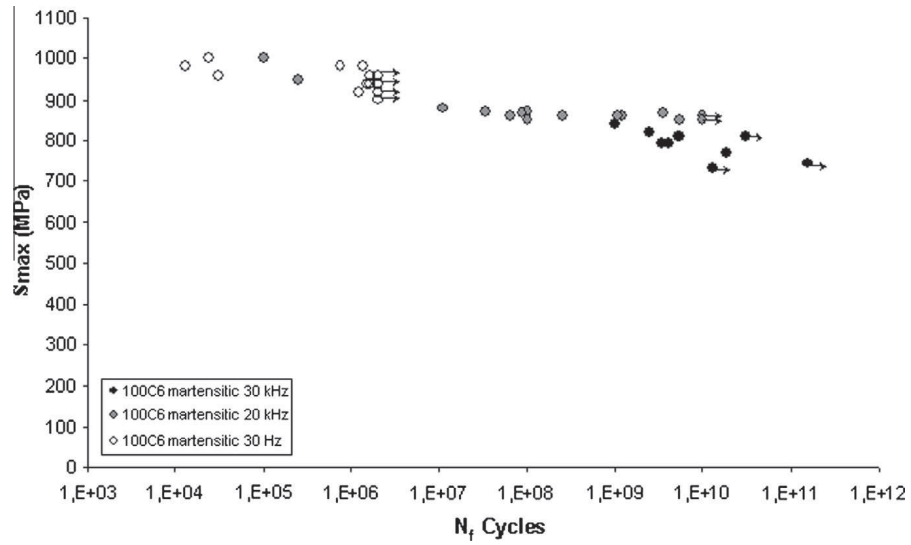


Figure 1.19 – Courbe de WÖHLER de l’acier 100C6 à différentes fréquences et à température ambiante [Bathias, 2014] ; ce matériau ne présente pas d’effet de fréquence.

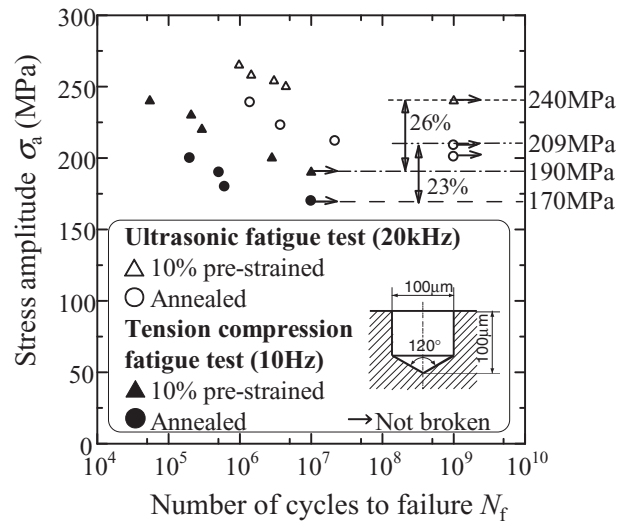


Figure 1.20 – Courbe de WÖHLER d’un acier bas carbone à différentes fréquences et à température ambiante [Tsutsumi et al., 2009] ; ce matériau présente un effet de fréquence. La coupe figurant dans la légende représente l’un des deux trous percés sur les éprouvettes pour étudier la croissance de fissure.

1.5.2 Origines possibles des effets de fréquence

Les causes des effets de fréquence sont multiples et peuvent être classées en deux catégories.

1. Celles intrinsèques au matériau :
 - la **sensibilité à la vitesse de déformation** des mécanismes de déformation. La contrainte nécessaire pour activer le glissement cristallographique est fortement sensible à la vitesse de déformation dans les matériaux de structure CC et beaucoup moins sensible dans les matériaux de structure CFC.
 - **effet du temps**. Il a été vu précédemment que le glissement dévié est un mécanisme thermiquement activé c'est-à-dire que la probabilité qu'il s'active augmente quand le temps laissé pour l'activation de ce mécanisme augmente.
 - les mécanismes faisant intervenir des **phénomènes de diffusion dépendent directement du temps**. Les phénomènes de diffusion peuvent s'opérer plus facilement lors d'un essai à basse fréquence car pour un même nombre de cycles un essai à basse fréquence prend davantage de temps qu'un essai à haute fréquence.
 - **l'auto-échauffement** du matériau du à la dissipation intrinsèque induit des modifications de propriétés mécaniques [Bathias, 2014].
2. Celles extrinsèques au matériau :
 - **effet de la température**. L'auto-échauffement du matériau peut-être réduit par un système de refroidissement de manière à diminuer son effet sur les propriétés mécaniques.
 - **effet du temps couplé à l'environnement**. Pour un même nombre de cycles le matériau sollicité est davantage au contact de l'air ambiant à basse fréquence ce qui peut favoriser la contamination par des éléments extérieurs (ce point sera détaillé par la suite section 1.6.3).
 - **effet du mode de chargement**. Pour limiter l'auto-échauffement du matériau, une machine de fatigue ultrasonique à pulses consistant à arrêter régulièrement l'essai est parfois utilisée. L'utilisation de machines de fatigue ultrasonique à pulses pose la question de l'effet du chargement interrompu sur la durée de vie en fatigue par rapport à des machines de fatigue ultrasonique classiques appliquant un chargement en continu. De plus, le calcul de la durée de vie avec une machine à pulses dépend de la façon dont sont comptés les cycles [Tsutsumi et al., 2009] (prise en compte de tous les régimes transitoires ou non).

1.5.3 Courbes de WÖHLER du cuivre pur polycristallin

Dans la majorité des cas, la durée de vie en fatigue du cuivre pur polycristallin est étudiée soit à haute fréquence (particulièrement dans les années 2000) soit à basse fréquence (dans les années 1970–1980) mais à notre connaissance peu de travaux exposent des résultats à plusieurs fréquences d'essais. Pour analyser les effets de fréquence sur la durée de vie en fatigue nous ferons dans un premier temps une revue des résultats établis à haute fréquence puis dans un second temps à basse fréquence et enfin une confrontation de ces résultats. Nous appelons hautes fréquences les fréquences d'essais supérieures à

1000 Hz. Dans tous les cas, les propriétés des matériaux étudiés ainsi que les procédures expérimentales sont détaillées afin de comprendre leurs influences sur la durée de vie en fatigue. Il faut préciser que les courbes de WÖHLER présentées n'ont pas fait l'objet de traitement statistique particulier ; elles correspondent à des courbes de tendance passant au plus près des points expérimentaux. Il est donc possible de considérer que ces courbes sont tracées pour une probabilité de survie de 50 % (voir section 1.2.2). Toutes ces courbes sont donc comparables puisqu'elles sont associées à une probabilité de survie identique. Il faut préciser que sur ces courbes les flèches désignent des éprouvettes qui ne se sont pas rompues et le nombre d'éprouvettes non rompues est indiqué par un numéro.

Cas des hautes fréquences

Parmi les résultats les plus anciens on trouve ceux de [Thompson et al., 1955] qui concernent un cuivre pur OFHC (*Oxygen-Free High Conductivity*) ayant une taille de grain d'environ 100 μm et livré sous forme de barres étirées. Trois traitements de recuit ont été effectués. Le recuit A est fait à 400 °C pendant une heure sous vide avec un refroidissement lent (dans le four). Pour le recuit C la procédure est analogue avec une température de 600 °C. Le recuit B a été réalisé à 600 °C sous argon avec un refroidissement rapide (à l'air). Les essais ont été fait pour une fréquence intermédiaire de 1000 Hz sur une machine de fatigue à résonance électromagnétique similaire aux vibrophores. Il n'est pas précisé si les essais ont été refroidis ou non ce qui suggère qu'il n'y a pas eu de refroidissement. Les courbes de WÖHLER pour les trois recuits décrits précédemment sont présentées sur la figure 1.21 ; elles révèlent des écarts importants particulièrement entre le recuit A et les recuits B et C. Ces résultats montrent que les propriétés en fatigue de ce cuivre dépendent des paramètres du recuit. L'histoire thermique d'un matériau peut donc influencer significativement sur sa durée de vie en fatigue. Dans le but d'analyser les effets de fréquence les résultats des essais à 1000 Hz pour le recuit A devaient être comparés à ceux à obtenus à 33 Hz par d'autres auteurs pour un matériau ayant subi un recuit identique. Ces résultats d'essais à 33 Hz ne sont pas présentés mais les auteurs mentionnent qu'il est difficile de tirer des conclusions puisque les effets de fréquence peuvent être masqués par les effets des recuits si ceux-ci ne sont pas faits de façon rigoureusement identique. Le comportement du cuivre pur à une fréquence de sollicitation beaucoup plus élevée a été étudié par [Awatani et al., 1975]. Leurs travaux concernent un cuivre pur polycristallin (à 99,95 %) ayant une taille de grain de 100 μm à 300 μm . Deux séries d'éprouvettes ont été préparées ; pour la première le matériau a été recuit à 850 °C pendant une heure sous vide et pour la seconde il a subi ce même traitement thermique puis a été étiré de 15 %. Les essais ont été conduits à 17700 Hz avec une machine de fatigue haute fréquence magnétostrictive et ont été refroidis à l'eau pour maintenir la température des éprouvettes constante. La figure 1.22 présente les courbes de WÖHLER pour ces deux séries ; il en résulte que de meilleures propriétés en fatigue sont observées pour la série étirée. L'histoire mécanique du matériau au même titre que son histoire thermique est aussi un paramètre important qui conditionne la durée de vie en fatigue. Dans le cas du cuivre recuit sans pré-déformation les auteurs mentionnent que la durée de vie à 17700 Hz est environ six fois supérieure à celle à 50 Hz (aucune courbe de WÖHLER à cette

fréquence n'est présentée dans l'article). En effet, pour une amplitude de contrainte de 48 MPa la durée de vie est d'au moins $9,8 \cdot 10^9$ cycles à 17700 Hz contre $1,6 \cdot 10^9$ cycles à basse fréquence. La tenue à la fatigue du cuivre pur polycristallin est donc meilleure à haute fréquence qu'à basse fréquence. Ce constat ne peut être corroboré en comparant les résultats de [Awatani et al., 1975] et de [Thompson et al., 1955] car l'histoire thermomécanique des matériaux étudiés est différente.

Les travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014], beaucoup plus récents, portent également sur le comportement en fatigue du cuivre à haute fréquence. Comme précédemment, l'influence du procédé de fabrication sur la durée de vie en fatigue est mise en évidence. Deux cuivres sont étudiés. Le premier est un cuivre pur (à 99,99 %) étiré à froid pour lequel la taille moyenne de grain est d'environ $50 \mu\text{m}$. Le second est un cuivre pur (à 99,99 %) laminé à chaud puis recuit à 250°C pendant une heure sous air avec refroidissement à l'air ambiant. La température de recuit étant basse ce recuit n'a pas d'influence sensible sur la microstructure. La taille de grain moyenne est d'environ $30 \mu\text{m}$. Les essais de fatigue ont été faits pour une fréquence de 20000 Hz avec une machine de fatigue ultrasonique et ont été refroidis avec de l'air. Les courbes de WÖHLER pour chaque cuivre sont tracées figure 1.23 ; elles montrent une meilleure tenue en fatigue pour le cuivre étiré ce qui est cohérent avec [Awatani et al., 1975]. Par contre, il faut noter que les valeurs de résistance à la fatigue sont assez différentes ; cet écart est probablement dû aux différents matériaux étudiés.

Les résultats de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] sont cohérents avec ceux de [Stanzl-Tschegg et al., 2007] et [Stanzl-Tschegg, 2008] pour un cuivre pur (à 99,98 %) ayant une taille de grain moyenne de $60 \mu\text{m}$ et recuit à 750°C pendant 75 minutes sous vide. Les essais ont été réalisés à une fréquence de 19000 Hz. Afin de limiter l'échauffement des éprouvettes à quelques degrés celles-ci ont été refroidies à l'air et le chargement a été appliqué par pulses par une machine de fatigue ultrasonique spécifique. La courbe de WÖHLER de ce cuivre est présentée figure 1.24 ; elle est en bon accord avec celle construite par [Phung, 2012] pour le cuivre recuit. Il semble donc que l'application du chargement par pulses n'ait pas d'incidence sur la tenue à la fatigue pour ce matériau. En conclusion, cette revue des résultats d'essais à haute fréquence met en évidence l'effet du traitement thermique, d'une pré-déformation et plus généralement du procédé de fabrication sur la durée de vie en fatigue. À ces effets intrinsèques au matériau peuvent s'ajouter les effets :

- de la machine et du mode d'application du chargement : continu ou pulsé.
- de l'état de surface ; celui-ci n'explique pas a priori les différences constatées dans les résultats rapportés précédemment car toutes les éprouvettes ont été polies électrolytiquement.
- de l'efficacité du refroidissement.

Pour être fiable l'analyse des effets de fréquence doit donc être menée avec des éprouvettes usinées à partir d'un matériau de base provenant du même lot, préparées de façon identique, sollicitées à des températures voisines et suivant le même mode d'application du chargement.

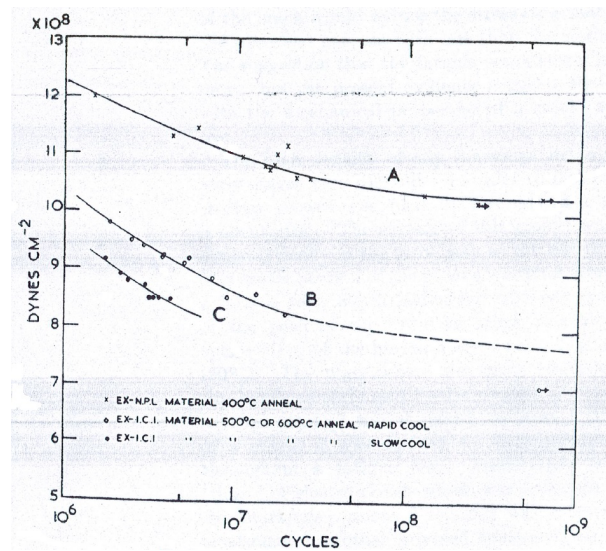


Figure 1.21 – Courbes de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin après différents recuits pour une fréquence de 1000 Hz [Thompson et al., 1955].

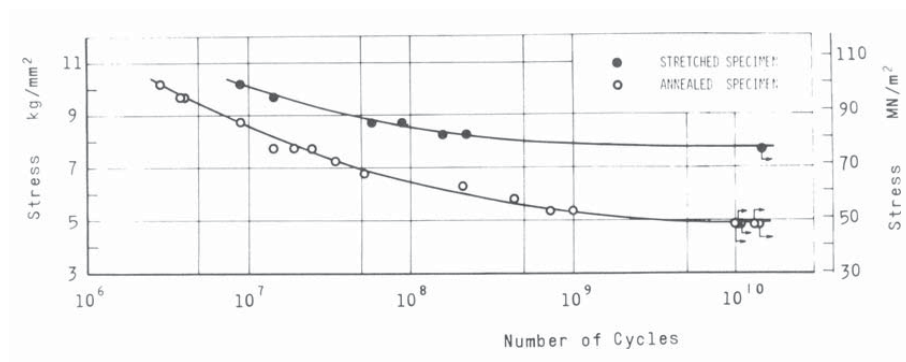


Figure 1.22 – Courbes de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin recuit et étiré pour une fréquence de 17700 Hz [Awatani et al., 1975].

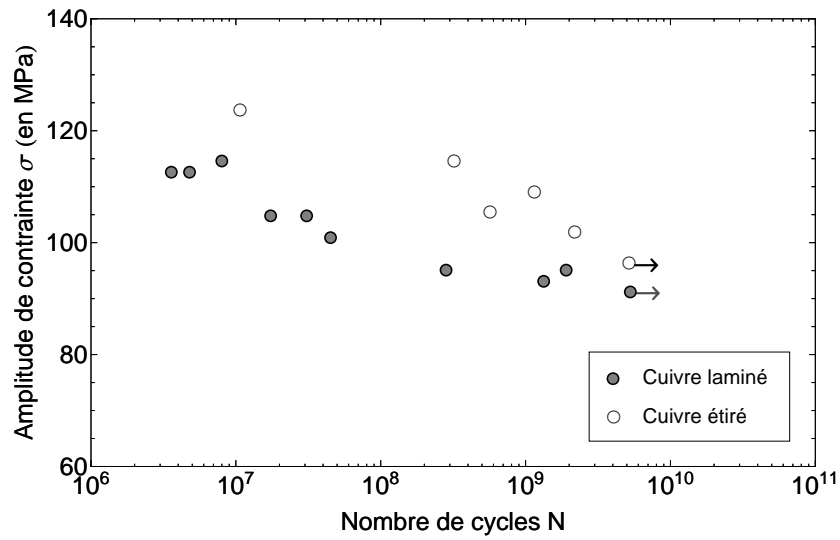


Figure 1.23 – Courbes de WÖHLER de deux cuivres purs polycristallins pour une fréquence de 20000 Hz [Phung, 2012].

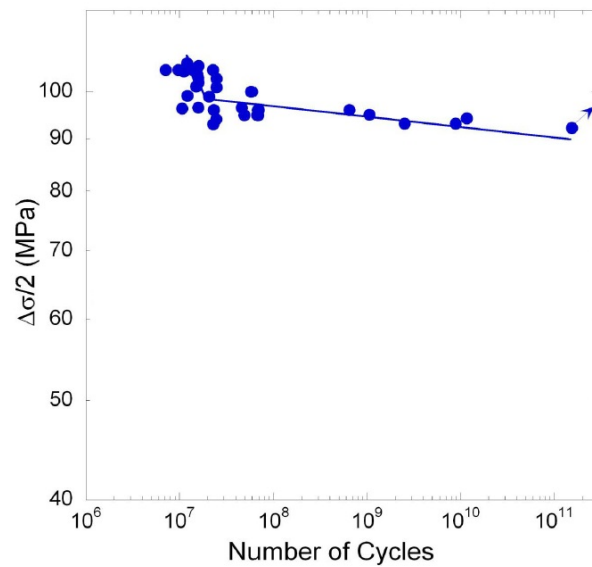


Figure 1.24 – Courbe de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin pour une fréquence de 19900 Hz [Stanzl-Tschegg, 2008].

Cas des basses fréquences

Dans le même esprit que précédemment, l'objet de cette partie est de faire une synthèse des résultats à basses fréquences pour pouvoir par la suite les confronter à ceux à hautes fréquences présentés à la section précédente.

Le comportement du cuivre à basse fréquence a fait l'objet des travaux de [Thompson & Backofen, 1971]. Le matériau étudié est un cuivre pur (à 99,99 %) pour lequel différents traitements mécanique et de recuit ont été réalisés. Les caractéristiques de ces traitements ne sont pas précisées. Ces traitements ont pour objectif d'obtenir plusieurs tailles de grain afin d'étudier l'effet de ce paramètre sur le comportement en fatigue. Les tailles de grain résultantes sont de 3,4, 15 et 150 μm . Les essais ont été faits pour une fréquence de 30 Hz et à amplitude de contrainte imposée⁵. Il n'est pas mentionné si les éprouvettes ont été refroidies ou non ce qui laisse penser qu'il n'y a pas besoin de refroidissement à cette fréquence de sollicitation. Les courbes de WÖHLER pour les trois tailles de grain sont représentées figure 1.25 ; il apparaît que la tenue à la fatigue est meilleure quand la taille de grain diminue.

Une démarche analogue a été suivie dans les travaux de [Lukáš & Kunz, 1987]. Le matériau étudié est un cuivre pur commercial (à 99,98 %) pour lequel deux traitements de recuit sont réalisés ; le premier à 600 °C pendant 1 heure sous vide et le second à 900 °C pendant 5 h sous vide. Ces recuits visent à obtenir deux tailles de grain différentes en vue d'étudier l'effet de ce paramètre sur le comportement en fatigue. Les tailles de grain résultantes sont respectivement de 70 μm et de 1,2 mm. Les essais ont été faits sur une machine à résonance type vibrophore pour une fréquence de 100 Hz et à amplitude de déformation totale imposée. Les niveaux de contrainte équivalents aux déformations totales ont été calculés à partir de la courbe d'écrouissage cyclique établie pour le même cuivre par [Lukáš & Kunz, 1985]. Comme précédemment les essais n'ont a priori pas été refroidis. Les courbes de WÖHLER pour ces deux recuits sont représentées figure 1.26 ; il apparaît que la tenue à la fatigue est meilleure pour le cuivre à grains fins. De plus, les valeurs de résistance à la fatigue sont cohérentes avec celles de [Thompson & Backofen, 1971].

Quelques écarts sont observés avec les résultats des travaux de [Lukáš et al., 1974] et [Polák et al., 1974] pour un cuivre pur (à 99,99 %) recuit à 600 °C pendant 1 heure dont la taille de grain moyenne vaut 200 μm . Les essais ont été effectués sur un vibrophore à 80 Hz à amplitude de contrainte imposée. Pour les plus hauts niveaux de contrainte les éprouvettes ont été refroidies avec de l'air. Les auteurs montrent que pour un nombre de cycles compris entre 10^5 et 10^7 la relation entre la contrainte appliquée σ et le nombre de cycles à rupture N_f peut se mettre sous la forme d'une loi puissance (ce qui équivaut à une loi linéaire dans un diagramme log-log) :

$$\sigma = \sigma'_f (2N_f)^b \quad \text{avec } \sigma'_f = 308 \text{ MPa et } b = -0,075 \quad (1.2)$$

La courbe associée à cette équation est tracée figure 1.27.

Il reste difficile de conclure quant à un effet de fréquence puisque les cuivres étudiés sont

5. En toute rigueur les essais ont été pilotés en force mais les auteurs ont vérifié que les variations de dimensions des éprouvettes après essais sont suffisamment faibles pour considérer que les essais ont été pilotés en contrainte.

différents. De plus, l'état de surface des éprouvettes n'est pas toujours connu car il n'est pas toujours spécifié si les éprouvettes ont été polies électrolytiquement.

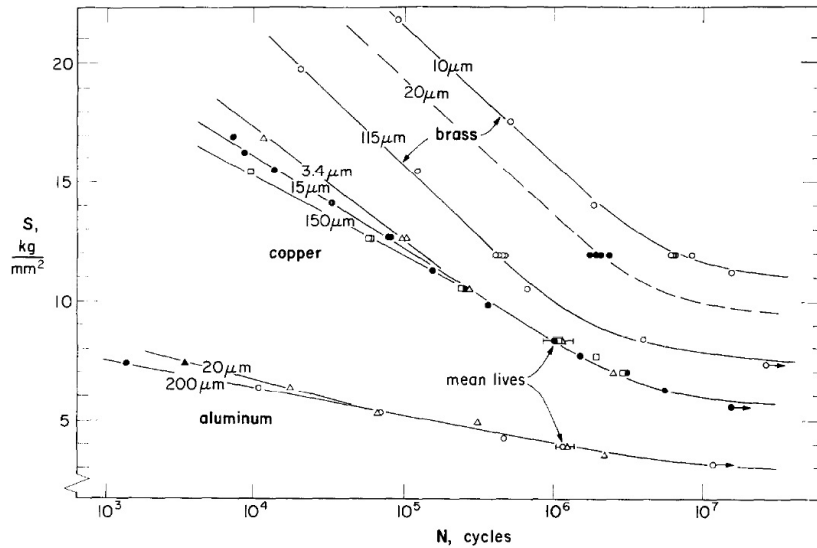


Figure 1.25 – Courbes de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin après différents traitements pour une fréquence de 30 Hz [Thompson & Backofen, 1971].

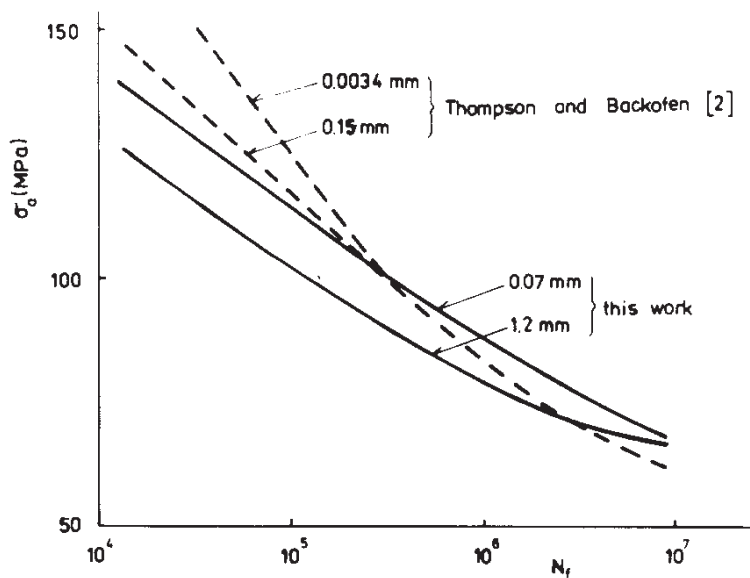


Figure 1.26 – Courbes de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin après différents recuits pour une fréquence de 100 Hz [Lukáš & Kunz, 1987]. Ces courbes de tendance ont été tracées à partir de 70 points expérimentaux pour le cuivre à grains fins et 90 pour le cuivre à gros grains.

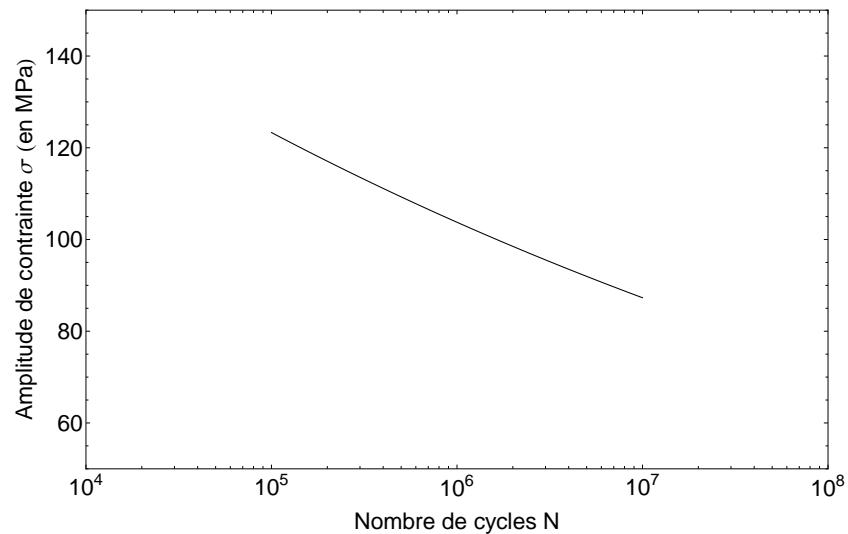


Figure 1.27 – Courbe de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin pour une fréquence de 80 Hz [Lukáš et al., 1974]. Cette courbe a été tracée à partir de la relation (1.2).

Discussion

À notre connaissance, la seule étude qui présente les résultats d'essais de fatigue jusqu'à rupture pour différentes fréquences est celle de [Lukáš et al., 2011]. Deux cuivres purs sont étudiés. Le premier correspond à celui étudié dans [Lukáš & Kunz, 1987] ayant une taille de grain de $70 \mu\text{m}$ (il est appelé *CG copper* pour *Conventional Grain*). Les essais ont été effectués à 100 Hz (ces résultats ont été présentés dans la section précédente) et à 20000 Hz (il n'est pas spécifié si les essais ont été refroidis). Les courbes de WÖHLER pour ce cuivre sont présentées figure 1.28 ; elles montrent une meilleure tenue à la fatigue à 20000 Hz. Cependant, cet écart est expliqué par le fait que les éprouvettes pour les essais à 100 Hz et à 20000 Hz proviennent de lots différents. Le second est un cuivre pur (à 99,9 %) à grains ultrafins (il est appelé *UFG copper* pour *Ultra Fine Grain*). Ce cuivre a été préparé avec le procédé ECAP (*Equal-Channel Angular Pressing*) et sa taille de grain moyenne est d'environ $0,3 \mu\text{m}$. Les essais ont été réalisés à trois fréquences : à 10 Hz avec une machine hydraulique, à 123 Hz avec une machine à résonance et à 20000 Hz avec une machine de fatigue ultrasonique. Les essais ultrasoniques ont été refroidis avec de l'air pour maintenir la température des éprouvettes inférieure à 50°C . Il faut souligner que ces conditions d'essais rendent les résultats comparables. La figure 1.28 représente les courbes de WÖHLER de ce matériau ; il apparaît que les courbes établies aux trois fréquences sont dans le prolongement les unes des autres et que la résistance à la fatigue à 10^8 cycles pour une fréquence de 123 Hz est très proche de celle à 20000 Hz. L'effet de fréquence est donc très faible voire inexistant pour le cuivre à grains ultrafins.

En conclusion, ces éléments de bibliographie ont permis d'une part d'identifier les différents paramètres influant sur la durée de vie en fatigue du cuivre pur polycristallin

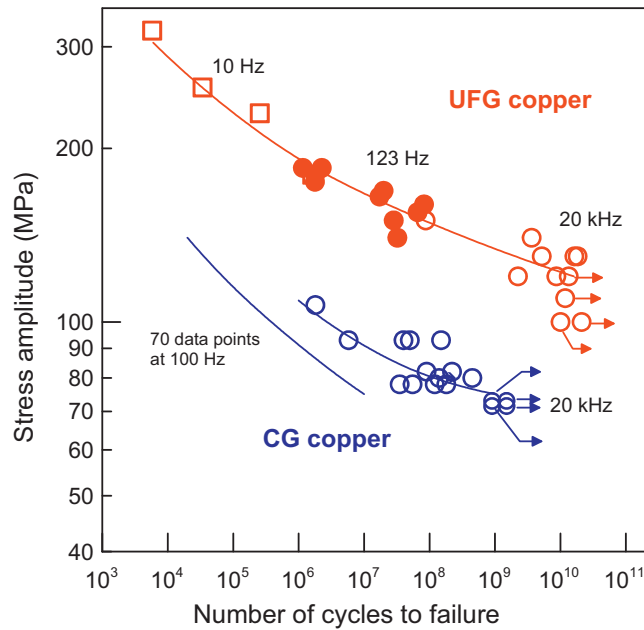


Figure 1.28 – Courbes de WÖHLER de deux cuivre purs polycristallins pour différentes fréquences d’essais [Lukáš et al., 2011].

et d’autre part de quantifier leurs effets. Pour mettre en évidence les effets de fréquence il est nécessaire de réduire au maximum le nombre de paramètres. Il ne semble donc pas possible de tirer une conclusion unanime sur la base des résultats expérimentaux rapportés précédemment excepté dans le cas du cuivre à grains ultrafins. Néanmoins, les résultats tendent à montrer que la durée de vie en fatigue du cuivre pur est plus longue à haute fréquence. Pour en rendre compte le tableau 1.1 dresse un comparatif des résistances à la fatigue à 10^7 cycles.

Fréquence (en Hz)	Matériau et état d'écrouissage	Taille de grain (en μm)	Résistance à la fatigue à 10^7 cycles (en MPa)	Référence(s)
30	Cuivre recuit	15 3,4 et 150	59 Non connu	[Thompson & Backofen, 1971]
80	Cuivre recuit	200	87	[Lukáš et al., 1974]
100	Cuivre recuit	1200 70	67 69	[Lukáš & Kunz, 1987]
123	Cuivre écroui	0,3	170	[Lukáš et al., 2011]
1000	Cuivre recuit (A) Cuivre recuit (B) Cuivre recuit (C)	100 100 100	110 86 Non connu	[Thompson et al., 1955]
17700	Cuivre recuit Cuivre écroui (déformé)	100 << 300 100 << 300	85 99	[Awatani et al., 1975]
19000	Cuivre recuit	60	100 <	[Stanzl-Tschegg et al., 2007] et [Stanzl-Tschegg, 2008]
20000	Cuivre recuit * Cuivre écroui (étiré)	30 50	110 125	[Phung, 2012] et [Phung et al., 2014]
20000	Cuivre recuit	70	90	[Lukáš et al., 2011]

Tableau 1.1 – Résistance à la fatigue à 10^7 cycles du cuivre pur polycristallin (valeurs calculées à partir des figures 1.21 à 1.28). Comme certaines courbes tendent à saturer au voisinage de 10^7 cycles ce sont les valeurs de résistance à la fatigue pour un nombre de cycles donné qui sont comparées et non l'inverse. * : cuivre recuit car laminé à chaud.

Effets de la taille de grain moyenne sur les courbes de WÖHLER

Les effets de la taille de grain moyenne sur les courbes de WÖHLER ont été étudiés en fatigue conventionnelle dans les travaux de [Thompson & Backofen, 1971] et [Lukáš & Kunz, 1987] présentés précédemment et dans lesquels différents traitements ont été faits sur un même cuivre de base visant à obtenir plusieurs tailles de grain. Les effets de la taille de grain moyenne sur le comportement cyclique en fatigue conventionnelle ont également été étudiés à travers des essais d'écrouissage cyclique dans les travaux de [Zhang & Jiang, 2006]. Il en résulte que la résistance à la fatigue tend à diminuer quand la taille de grain augmente (voir figure 1.29). Ce résultat peut s'appliquer à la majorité des polycristaux CFC [Ho et al., 2011]. Néanmoins dans le cas du cuivre l'influence de la taille de grain sur la résistance à la fatigue est modérée et diminue avec le nombre de cycles. L'influence de la taille de grain est beaucoup plus accentuée dans le cas du laiton par exemple pour lequel la résistance à la fatigue à 10^7 cycles diminue de 35 MPa quand la taille de grain est multipliée par 12 [Thompson & Backofen, 1971] alors qu'elle est sensiblement identique dans le cas du cuivre (voir figure 1.25). À notre connaissance des études analogues sur les effets de la taille de grain en fatigue ultrasonique n'ont pas été faites. Néanmoins les courbes de WÖHLER à hautes fréquences présentées précédemment montrent également que la résistance à la fatigue tend à diminuer quand la taille de grain augmente (voir figure 1.30). Ce constat est en accord avec les travaux de [Lukáš et al., 2011] sur un cuivre à grains ultrafins ; celui-ci présente des résistances à la fatigue bien supérieures à celles des cuivres à grains grossiers. Néanmoins les comparaisons avec les cuivres à grains ultrafins pour mettre en évidence les effets de la taille de grain restent délicates car ces cuivres peuvent présenter d'autres mécanismes de glissement que les cuivres à grains grossiers (du glissement aux joints de grains par exemple [Lukáš et al., 2011]).

1.6 Mécanismes de microplasticité à basses et hautes fréquences

1.6.1 Seuils d'apparition des premières bandes de glissement et premières bandes persistantes

Dans le cas d'un monocristal le seuil d'apparition des PSB est défini comme la contrainte au plateau de la courbe d'écrouissage cyclique et vaut 28 MPa pour une fréquence d'essai d'environ 0,15 Hz (voir section 1.4.1). Dans le cas d'un polycristal la détection d'un seuil d'apparition des PSB est plus difficile ; l'apparition des PSB est liée à la microstructure étant donné l'hétérogénéité du champ de contrainte. Néanmoins quelques rares travaux s'attachent à définir des seuils d'apparition des SB et des PSB. L'un des premiers seuils a avoir été déterminé pour le cuivre pur polycristallin est de $\sigma = 56$ MPa et est associé à une amplitude de déformation plastique de $\epsilon^p = 2,5 \cdot 10^{-5}$ [Mughrabi & Wang, 1981]. Celui-ci a été établi à partir de la courbe d'écrouissage cyclique du cuivre pur polycristallin quand les structures de dislocation en échelle carac-

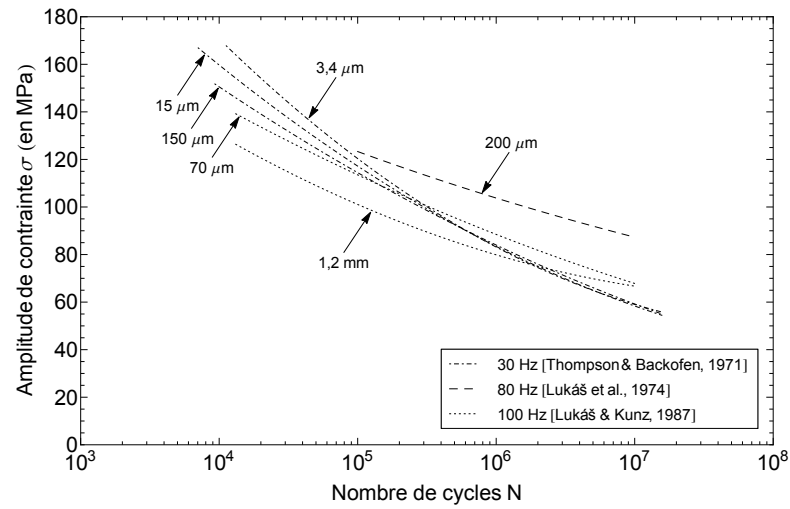


Figure 1.29 – Courbes de WÖHLER à basses fréquences de plusieurs cuivres purs polycristallins. Tous les cuivres sont à l'état recuit et leurs tailles de grain moyennes sont spécifiées à côté des courbes.

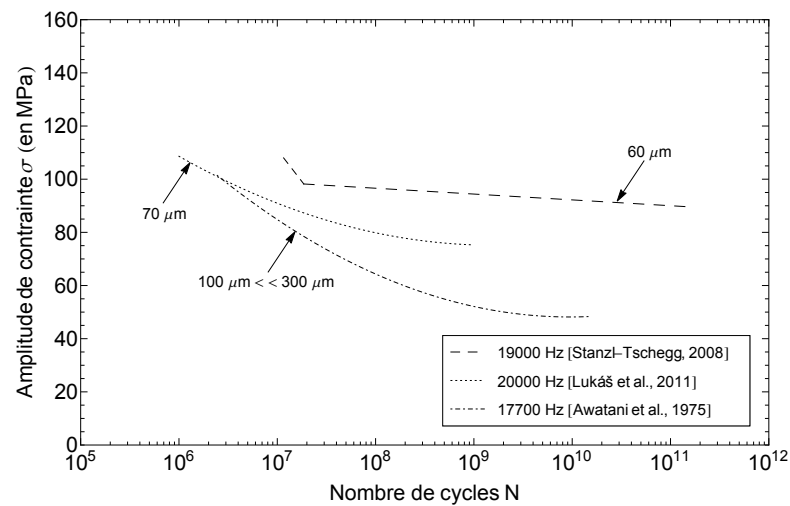


Figure 1.30 – Courbes de WÖHLER à hautes fréquences de plusieurs cuivres purs polycristallins. Tous les cuivres sont à l'état recuit et leurs tailles de grain moyennes sont spécifiées à côté des courbes.

téristiques des PSB se forment (il faut rappeler que cette courbe ne présente pas de plateau dans le cas du cuivre polycristallin). Ce seuil est cohérent avec celui établi pour du cuivre monocristallin. En effet, les PSB apparaissent dans les grains favorablement orientés pour le glissement c'est-à-dire que les facteurs de SCHMID des systèmes actifs sont proches de $\frac{1}{2}$; une amplitude de contrainte de 56 MPa correspond donc à des cisssions résolues voisines de 28 MPa pour les systèmes actifs. La fréquence à laquelle les essais

ont été réalisés n'est pas précisée mais il ne s'agit pas d'essais ultrasoniques au regard des nombres de cycles appliqués.

Des essais de fatigue ont révélés que ce seuil n'est en fait pas constant mais dépend du nombre de cycles. Un second seuil d'apparition des PSB a été défini ; il correspond à $\sigma = 57$ MPa pour un nombre de cycles $N = 2.10^6$ et une fréquence de 20 Hz [Stanzl-Tschegg & Schönbauer, 2010]. Pour un même nombre de cycles, le seuil d'apparition des PSB à 19000 Hz vaut $\sigma = 63$ MPa [Stanzl-Tschegg et al., 2007]. Ces deux seuils sont appelés *conventional PSB threshold* car ils sont établis pour des nombres de cycles étudiés en fatigue conventionnelle. Par la suite des essais à plus basse amplitude de contrainte à 19000 Hz ont permis d'introduire un nouveau seuil pour les PSB défini par $\sigma = 45$ MPa et $N = 2.10^8$ cycles [Stanzl-Tschegg & Schönbauer, 2010] et appelé VHCF PSB *threshold*. À notre connaissance aucun autre seuil de PSB n'a été défini dans la littérature. Pour les trois seuils définis dans les travaux de [Stanzl-Tschegg et al., 2007] et [Stanzl-Tschegg & Schönbauer, 2010] le caractère persistant des bandes a été vérifié par deux méthodes : d'une part en contrôlant qu'après polissage électrolytique et cyclage les bandes réapparaissent au même endroit et d'autre part en examinant la structure de dislocation sous-jacente qui montre que la structure en échelle est en train de se former. De façon similaire, des seuils de formation des bandes de glissement ont été définis à des contraintes encore plus faibles et des nombres de cycles plus élevés d'abord par [Stanzl-Tschegg et al., 2007] puis par [Phung, 2012] [Phung et al., 2014]. Dans les travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] le chargement a été appliqué par blocs afin d'observer régulièrement la surface des éprouvettes au MO ou au MEB permettant ainsi d'encadrer le nombre de cycles nécessaire à l'apparition d'au moins une bande. La méthode de détection des bandes et des bandes persistantes n'est pas précisée dans les travaux de [Stanzl-Tschegg et al., 2007] [Stanzl-Tschegg, 2008] [Stanzl-Tschegg & Schönbauer, 2010] mais elle doit reposer sur une démarche analogue. Le tableau 1.2 récapitule l'ensemble de ces résultats (il faut préciser que ces seuils de SB et PSB sont parfois formulés en déformation totale ϵ ou en déformation plastique ϵ^p plutôt qu'en contrainte). L'ensemble de ces seuils constitue la courbe des premières bandes qui donne l'évolution de la contrainte d'apparition des bandes en fonction du nombre de cycles, de façon similaire à la courbe de WÖHLER qui donne l'amplitude de contrainte à rupture (voir figure 1.31).

Beaucoup plus de résultats ont été établis en fatigue ultrasonique à 19000 Hz plutôt qu'à basse fréquence. Néanmoins il en résulte que pour un même nombre de cycles la contrainte nécessaire pour former des PSB à 19000 Hz est 6 MPa supérieure à celle nécessaire à 20 Hz. Les auteurs soulignent que cet écart est faible ; il peut-être du à un effet de la vitesse de déformation ou à des incertitudes de mesure.

Il faut signaler que comme l'amorçage de fissures dans les matériaux ductiles monophasés est lié à la formation des PSB (voir section 1.2.4) la limite de fatigue a été confondue avec les seuils de PSB. Une distinction est maintenant clairement établie ; les seuils de PSB correspondent aux seuils nécessaires pour amorcer des fissures tandis que la limite de fatigue correspond au seuil de propagation de fissures jusqu'à la rupture [Mughrabi & Stanzl-Tschegg, 2007] [Stanzl-Tschegg & Schönbauer, 2010].

Type de bande	Fréquence (en Hz)	Contrainte (en MPa)	Nombre de cycles N	ϵ^P (-)	ϵ (-)	Référence(s)
PSB	Basse (non précisée)	56	-	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$4,66 \cdot 10^{-4}$ *	[Mughrabi & Wang, 1981]
PSB	20	57	$2 \cdot 10^6$	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$4,56 \cdot 10^{-4}$	[Stanzl-Tschegg & Schönbauer, 2010]
PSB	19000	62,6	$2 \cdot 10^6$	$6,1 \cdot 10^{-6}$	$4,88 \cdot 10^{-4}$	[Stanzl-Tschegg et al., 2007], [Stanzl-Tschegg, 2008] et [Stanzl-Tschegg & Schönbauer, 2010]
PSB	19000	45	$2,7 \cdot 10^8$	$3,6 \cdot 10^{-6}$	$3,49 \cdot 10^{-4}$	
SB	19000	59,2	$3 \cdot 10^6$	$6,2 \cdot 10^{-6}$	$4,72 \cdot 10^{-4}$ *	[Stanzl-Tschegg et al., 2007]
SB	19000	56,1	$1 \cdot 10^7$	$4,9 \cdot 10^{-6}$	$4,47 \cdot 10^{-4}$ *	
SB	19000	47	$2 \cdot 10^8$	$3,8 \cdot 10^{-6}$	$3,74 \cdot 10^{-4}$ *	
SB	19000	34	$1,3 \cdot 10^{10}$	$2,9 \cdot 10^{-6}$	$2,71 \cdot 10^{-4}$ *	
SB	20000	40	$1,53 \cdot 10^9 < N < 2,3 \cdot 10^9$	Non connu	Non connu	[Phung, 2012] et [Phung et al., 2014]
SB	20000	42	$9,0 \cdot 10^8 < N < 1,03 \cdot 10^9$			
SB	20000	44,2	$3,5 \cdot 10^8 < N < 4,5 \cdot 10^8$			
SB	20000	46,4	$2,0 \cdot 10^8 < N < 3,0 \cdot 10^8$			
SB	20000	48,4	$1,1 \cdot 10^8 < N < 2,0 \cdot 10^8$			
SB	20000	49,6	$5,0 \cdot 10^7 < N < 1,0 \cdot 10^8$			
SB	20000	50,8	$9,0 \cdot 10^7 < N < 1,1 \cdot 10^8$			
SB	20000	52	$1,0 \cdot 10^7 < N < 5,0 \cdot 10^7$			
SB	20000	54,7	$1,0 \cdot 10^7 < N < 1,0 \cdot 10^8$			
SB	20000	57,4	$1,0 \cdot 10^6 < N < 1,0 \cdot 10^7$			

Tableau 1.2 – Seuils définissant l'apparition des premières SB et PSB pour le cuivre pur polycristallin. * : valeurs calculées à titre indicatif avec $E = 127$ GPa [Stanzl-Tschegg et al., 2007].

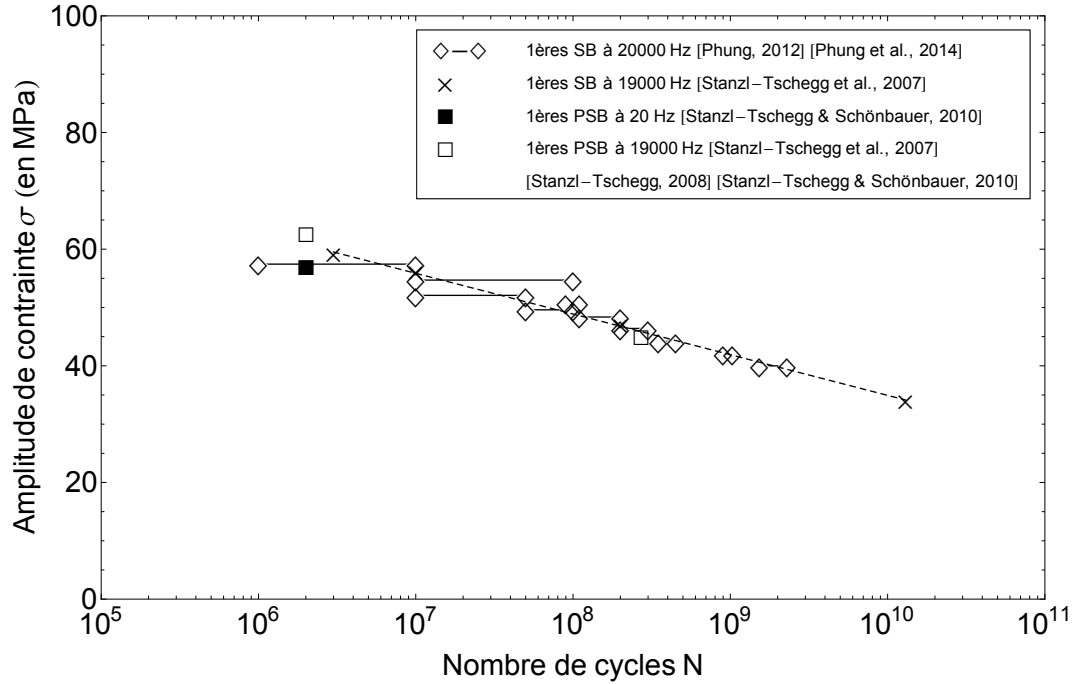


Figure 1.31 – Courbes des premières SB et PSB pour le cuivre pur polycristallin (tracées à partir des valeurs du tableau 1.2). Pour les travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] au premier losange aucune bande de glissement n'est observée, au second losange au moins une bande de glissement est observée.

1.6.2 Morphologie et sites d'apparition des bandes

[Phung, 2012] [Phung et al., 2014] ont répertorié les morphologies et les sites d'apparition des bandes de glissement pour du cuivre pur polycristallin (ayant une taille de grain moyenne de 30 μm) sollicité en fatigue à 20000 Hz. Trois types de bandes de glissement sont distingués :

- type I : il s'agit de bandes de glissement longues, droites et qui traversent presque entièrement un grain. Il y en a plusieurs au sein d'un grain et elles sont parallèles et distantes de quelques microns (voir figure 1.32a). Des analyses AFM montrent que leur hauteur moyenne vaut 500 nm, leur largeur moyenne 1,4 μm et la rugosité entre ces bandes est faible.
- type II : ces bandes de glissement sont longues, droites mais contrairement au type I elles ne traversent pas les grains et sont esseulées (voir figure 1.32b). Des analyses EBSD montrent qu'elles se situent le long des joints de grains et très fréquemment le long des joints de macles. Leur hauteur moyenne est voisine de celle des bandes de type I mais leur hauteur maximale est plus importante et peut atteindre 1-2 μm . Leur largeur moyenne est sensiblement identique à celle des bandes de type I.
- type III : ces bandes de glissement sont caractérisées par leur finesse et leur faible

relief. Les premières bandes de type III qui apparaissent ne sont détectables qu'au MEB. Les bandes de type III se développent sous forme d'amas dans les grains et au voisinage des joints de grains (voir figures 1.32 c et d).

L'apparition des différents types de bandes dépend essentiellement de l'amplitude de contrainte. Les bandes de type I sont prédominantes pour les amplitudes de contrainte les plus élevées. Quand l'amplitude de contrainte décroît ce sont les bandes de type II qui deviennent majoritaires puis les bandes de type III pour les amplitudes les plus faibles (les ordres de grandeur des amplitudes de contrainte pour chaque type de bandes sont donnés dans la légende de la figure 1.32).

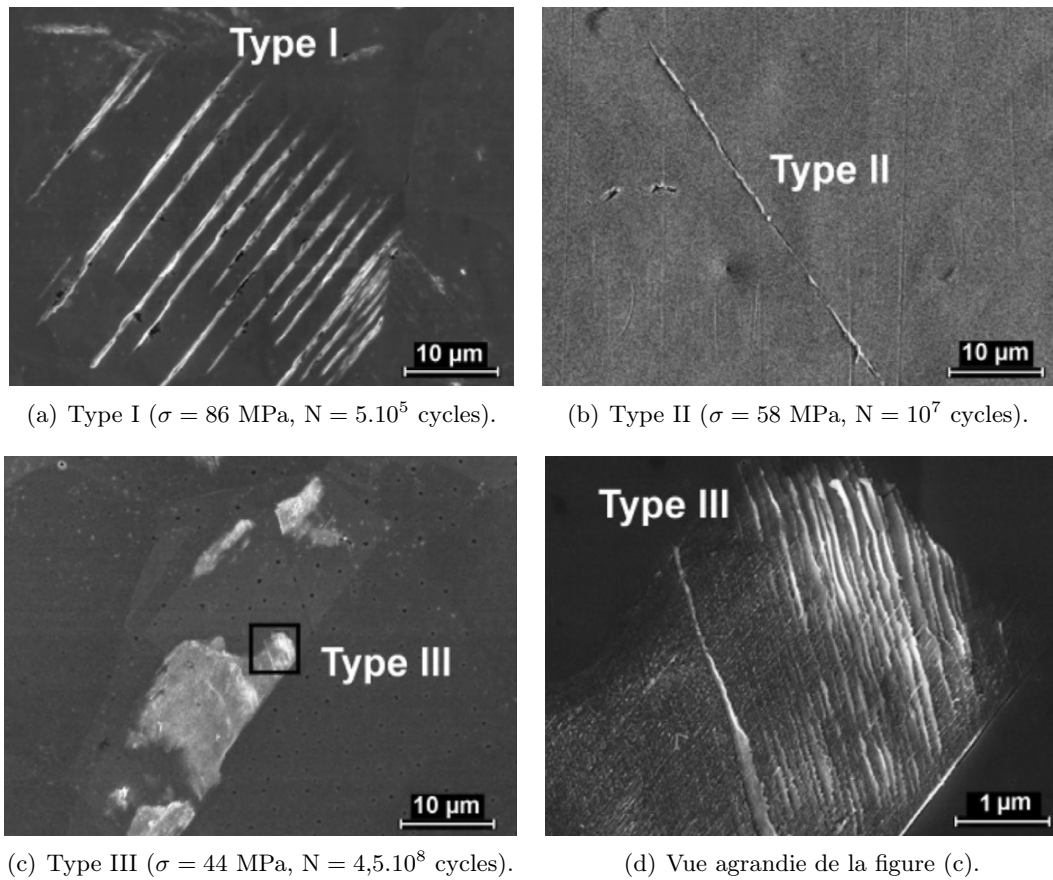


Figure 1.32 – Différents types de bandes de glissement observés au MEB pour du cuivre pur polycristallin sollicité en fatigue ultrasonique [Phung et al., 2014].

Des morphologies analogues ont été observées à des fréquences conventionnelles en fatigue LCF et HCF. Les observations au MEB sur du cuivre pur monocristallin montrent que les PSB présentent les mêmes caractéristiques que les bandes de type I (voir section 1.4.1). Les clichés MEB des bandes de glissement pour du cuivre polycristallin conduisent au même constat [Polák & Vašek, 1994] [Cretegy & Saxena, 2001]. De plus, il a été mon-

tré dans le cas du cuivre polycristallin sollicité à 20 Hz que le système de glissement actif dans les grains est celui qui présente le facteur de SCHMID maximal⁶ [Agbessi, 2013]. Cette propriété est vérifiée dans de nombreux matériaux CFC comme par exemple le nickel [Blochwitz et al., 1996] ou l'austénite [El Bartali et al., 2009]. Des bandes de glissement situées le long des joints de grains/macles semblables à des bandes de type II ont également été observées à des fréquences conventionnelles [Polák & Vašek, 1994]. Dans du nickel [Man et al., 2012] ont notamment montré la présence d'une PSB avec une structure de dislocation en échelle le long d'un joint de macle. Contrairement aux bandes de type I les systèmes de glissement actifs au voisinage des joints de grains/macles ne peuvent être prédits à partir du seul calcul du facteur de SCHMID car les concentrations de contraintes locales induisent fréquemment l'activation d'autres systèmes que ceux prévus au sein des grains. Des calculs éléments finis prenant en compte l'anisotropie cristalline ont permis d'accéder aux champs de contraintes locaux et de comprendre plus précisément l'activation des systèmes de glissement aux joints de grains/macles [Phung et al., 2013].

1.6.3 Effets de l'environnement

La comparaison des résultats d'essais de fatigue conduits sous air à haute ou basse fréquence pose le problème de l'influence du milieu environnant. En effet, à basse fréquence, le matériau sollicité reste davantage au contact de l'air ambiant et il est bien connu que d'une façon générale l'air tend à réduire la résistance à la fatigue des matériaux métalliques par rapport à des atmosphères inertes. Ce phénomène est illustré sur la figure 1.33 qui représente la courbe de WÖHLER du laiton sous différentes atmosphères gazeuses.

Les effets de l'environnement sont complexes à analyser car ils dépendent de plusieurs facteurs : du matériau et de sa microstructure, des conditions de chargement et notamment de la fréquence, du temps d'essai, etc. De plus, ils peuvent se manifester aux différents stades de la durée de vie en fatigue : sur le développement et la morphologie des bandes persistantes de glissement, sur l'amorçage de fissure à partir de ces bandes et sur la propagation de fissure [Petit & Sarrazin Baudoux, 2008].

Dans cette étude bibliographique, afin de rendre compte de l'effet de l'air ambiant, les résultats d'essais de fatigue conduits sous air seront comparés à ceux sous vide qui serviront de référence.

Une étude comparative sous air et sous deux vides (de 2.10^{-5} et 2.10^{-4} mbar) a été faite sur des monocristaux de cuivre pur recuits et orientés pour le glissement simple [Wang et al., 1984] et [Wang & Mughrabi, 1984]. Ceux-ci ont été sollicités à la fréquence de 1 Hz, à amplitude de déformation plastique imposée γ_{pl} pour un rapport de charge $R = -1$ et à température ambiante. Les principales conclusions révèlent que :

- la durée de vie en fatigue sous vide est 15 fois supérieure à celle sous air (voir tableau 1.3). La réduction de durée de vie sous air est due à l'effet de l'oxygène et de la vapeur d'eau.

6. En toute rigueur, comme il n'est pas possible d'identifier la direction de glissement du système actif à partir d'observations par MEB et EBSD, il a été montré que le plan de glissement du système présentant le facteur de SCHMID maximal correspond au plan de glissement du système actif.

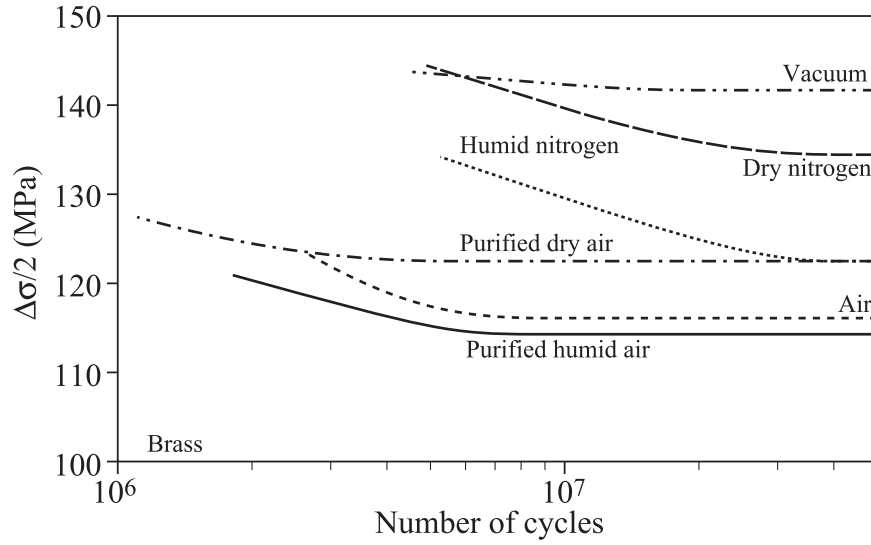


Figure 1.33 – Courbe de WÖHLER du laiton sous différentes atmosphères gazeuses [Petit & Sarrazin Baudoux, 2008].

- les comportements cycliques sont sensiblement identiques (vérifié également dans [Ghammouri et al., 2013] sur des polycristaux).
- les bandes persistantes de glissement ont la même morphologie ; elles sont longues, droites et ont une largeur de $1 \mu\text{m}$. Leurs fraction surfaciques f_{PSB} sont très proches (voir figure 1.34 et tableau 1.3a). Dans tous les cas, il est noté que les microfissures s'amorcent en stade I aux interfaces PSB-matrice ou dans les PSB. De plus, les structures de dislocations observées dans le matériau sont similaires ; dans la matrice les dislocations s'arrangent sous forme de veines et dans les PSB elles adoptent la structure classique en échelle ou sous forme de murs et de cellules (voir figure 1.35).
- la vitesse de propagation de fissure $\frac{dl}{dN}$ au stade I est plus faible sous vide que sous air. Il en est de même au stade II mais de façon moins marquée (voir tableau 1.3b).

Selon ces travaux l'air ambiant n'a pas d'influence notable sur la formation des PSB et l'amorçage de fissure à partir de ces PSB. Par contre, il tend à augmenter la vitesse de propagation de fissure ce qui justifie que la résistance à la fatigue soit plus faible sous air.

Ce constat est confirmé par les travaux de [Thompson et al., 1955] sur des polycristaux de cuivre.

(a)

Environnement	γ_{pl}	Nombre de cycles N et temps d'essai	Éprouvette rompue	f_{PSB}
Air	2.10^{-3}	$1,34.10^5 - 37$ h	Oui	0,29
Vide de 2.10^{-5} mbar	2.10^{-3}	$1,34.10^5 - 37$ h	Non	0,28
Vide de 2.10^{-4} mbar	2.10^{-3}	$2.10^6 - 23$ j	Oui	0,81

(b)

Environnement	γ_{pl}	Stade	$\frac{dl}{dN}$ (en nm.cycle ⁻¹)
Air	10^{-4}	I	20
Vide de 2.10^{-4} mbar	10^{-4}	I	2
Air	2.10^{-3}	II	500
Vide de 2.10^{-4} mbar	$1,6.10^{-3}$	II	300

Tableau 1.3 – Comparaison de résultats d'essais de fatigue sous air et sous vide pour du cuivre pur monocristallin [Wang et al., 1984] [Wang & Mughrabi, 1984].

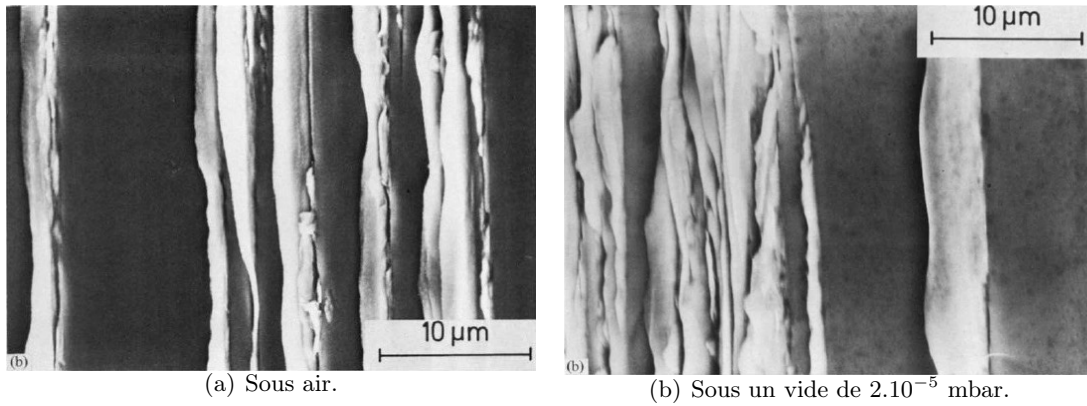


Figure 1.34 – Bandes persistantes de glissement observées sur du cuivre pur monocristallin après chargement en fatigue ($\gamma_{pl} = 2.10^{-3}$ et $N = 1,34.10^5$ cycles) sous différentes atmosphères [Wang et al., 1984]. L'axe de sollicitation est horizontal.

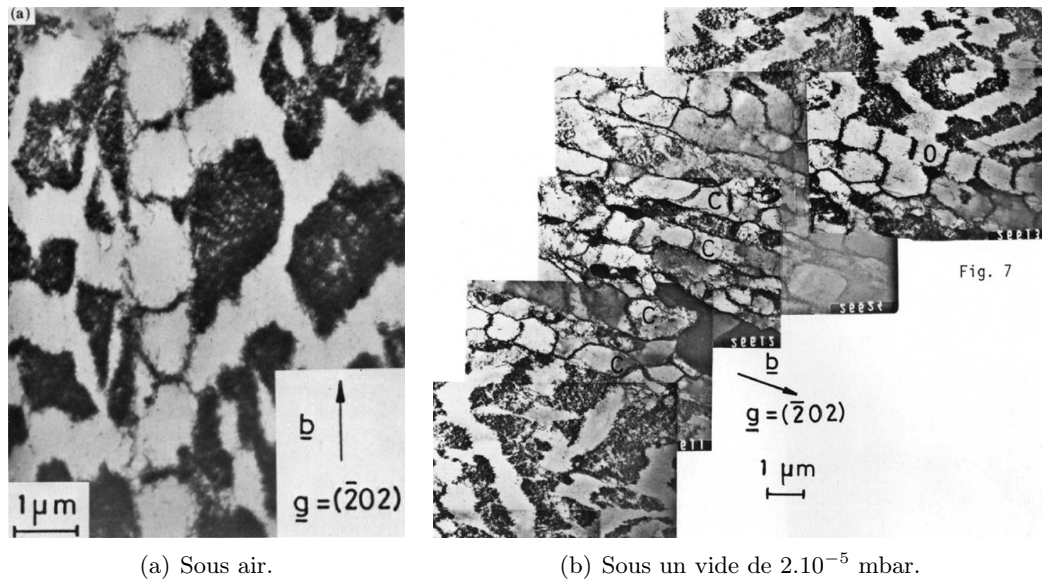


Figure 1.35 – Structures de dislocations observées pour du cuivre pur monocristallin après chargement en fatigue ($\gamma_{pl} = 2.10^{-3}$ et $N = 1,34.10^5$ cycles) sous différentes atmosphères [Wang et al., 1984].

1.7 Conclusion

Cette synthèse bibliographique a montré de fortes similitudes entre les mécanismes d'amorçage de fissures à basse et haute fréquence. Dans les deux cas, l'amorçage est lié à la création de bandes de glissement en surface dans lesquelles la déformation est localisée. L'évolution du relief de ces bandes avec le cyclage crée des sites de concentration de contraintes propices à l'initiation de fissures. Cependant, cette synthèse a aussi montré des différences de comportement en fatigue. En effet, les courbes de WÖHLER tendent à montrer que la durée de vie en fatigue du cuivre pur est plus longue à haute fréquence. De plus, l'amplitude de contrainte nécessaire pour former des PSB à haute fréquence est 6 MPa supérieure à celle nécessaire à basse fréquence.

L'objectif de cette thèse est donc de contribuer à une meilleure compréhension des effets de fréquence sur les mécanismes de microplasticité en fatigue et d'apparition des bandes en surface.

Le matériau étudié a été choisi dans l'idée de réduire le nombre de paramètres pour simplifier l'analyse des effets de fréquence qui peut s'avérer très complexe. Le choix s'est porté sur le **cuivre pur polycristallin** car il sert de matériau de référence pour comprendre les phénomènes physiques mis en jeu. Il présente plusieurs avantages et intérêts pour notre étude :

- comme il est monphasé l'étude du comportement en fatigue est moins complexe par rapport à des matériaux polyphasés,
- dans nos conditions d'essais de fatigue le seul mode de déformation est le glissement cristallographique,
- son comportement en fatigue a fait l'objet de nombreuses publications qui serviront à la discussion des résultats expérimentaux.

Les techniques expérimentales mises en oeuvre pour cette étude sont présentées dans le chapitre suivant.

Chapitre 2

Essais de fatigue et techniques d'observations et d'analyses

Sommaire

2.1	Introduction	57
2.2	Essais de fatigue	58
2.2.1	Essais de fatigue ultrasonique	58
2.2.2	Essais de fatigue à basses fréquences	68
2.3	Dimensionnement des éprouvettes et validation	70
2.3.1	Cas des éprouvettes de fatigue ultrasonique	70
2.3.2	Cas des éprouvettes de fatigue basses fréquences	82
2.4	Techniques d'observations et d'analyses	86
2.4.1	Le microscope électronique à balayage – MEB	86
2.4.2	La diffraction des électrons rétro-diffusés – EBSD	87
2.4.3	Calcul d'un indicateur de la quantité de bandes de glissement en surface	97
2.4.4	Détection des premières bandes de glissement	98
2.5	Principales conclusions du chapitre	100

2.1 Introduction

Pour étudier les effets de fréquence, des essais de fatigue conduits jusqu'à rupture ou non ont été réalisés à basses fréquences (10, 20 et 100 Hz) et à haute fréquence (essais ultrasoniques à 20000 Hz). Les résultats de ces essais ont été comparés suivant plusieurs critères mettant en jeu différentes techniques d'observations et d'analyses. L'objet de ce chapitre est de présenter les principales techniques expérimentales mises en oeuvre dans cette étude.

2.2 Essais de fatigue

2.2.1 Essais de fatigue ultrasonique

1. Généralités – Fonctionnement de la machine

La fatigue ultrasonique est apparue il y a une soixantaine d'années. Comme son nom l'indique, cette technique permet de faire des essais à haute fréquence : de 15000 à 30000 Hz avec une fréquence typique à 20000 Hz. Ces fréquences de travail sont bien supérieures à celles des machines mécaniques, électro-magnétiques et hydrauliques qui ne peuvent atteindre que la centaine de Hertz. Ces essais à haute fréquence présentent un double avantage : ils permettent d'une part de connaître très rapidement la réponse d'un matériau sollicité en fatigue à grand nombre de cycles (voir tableau 2.1) et d'autre part d'explorer des gammes de nombre de cycles très étendues en un temps raisonnable (en général jusqu'à 10^{11} cycles).

Le principe d'un essai ultrasonique consiste à faire vibrer une éprouvette à haute fréquence. Les essais les plus classiques réalisés avec cette technique sont les essais de traction-compression avec un rapport de charge $R = -1$, c'est ceux que nous ferons dans cette thèse.

Nombre de cycles	Fréquence	Temps d'essai
10^6	100 Hz	$\simeq 3$ h
	20000 Hz	$\simeq 1$ min
10^9	100 Hz	$\simeq 116$ j
	20000 Hz	$\simeq 14$ h

Tableau 2.1 – Comparaison des temps d'essais de fatigue.

Le système se compose principalement de quatre éléments placés en série (voir figure 2.1) :

- un **convertisseur électrique** qui transforme le signal 50 Hz en un signal sinusoïdal à 20000 Hz.
- un **convertisseur piézoélectrique** en céramique alimenté par le générateur qui transforme le signal électrique en onde mécanique longitudinale de même fréquence et dont l'amplitude peut varier entre 1 et 15 μm .
- une **sonotrode** qui amplifie ou atténue l'amplitude de l'onde afin d'obtenir la gamme d'amplitudes de contrainte désirée au centre des éprouvettes.
- l'**éprouvette** soumise au chargement créé par l'onde mécanique.

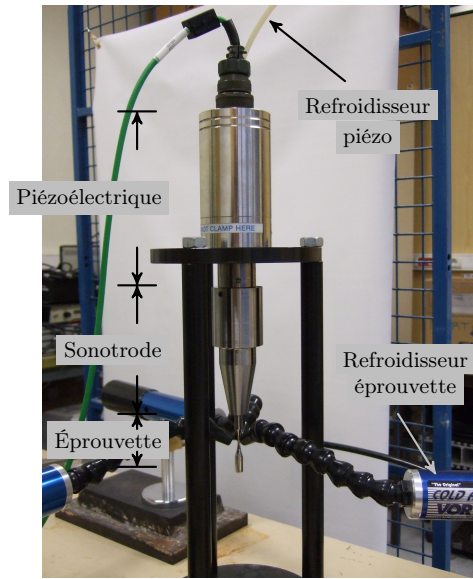


Figure 2.1 – Machine de fatigue ultrasonique.

Les sonotrodes et les éprouvettes sont excitées à 20000 Hz et sont donc dimensionnées pour vibrer à cette fréquence (on parle de vibration libre). En d'autres termes, la fréquence du premier mode propre de traction-compression des sonotrodes et des éprouvettes est égale à 20000 Hz. De fait, en régime permanent une onde stationnaire de fréquence 20000 Hz s'établit dans l'ensemble du système ; les ventres de vibration sont situés entre les éléments et les contraintes y sont nulles. La figure 2.2 donne les allures des amplitudes de déplacement et de contrainte dans le système en régime permanent. Celles-ci ont été obtenues avec un calcul en élasticité. En effet, à l'échelle macroscopique le comportement de l'éprouvette est considéré élastique car les déformations résiduelles mesurées après essais sont inférieures à 0,02 %. En revanche, la fatigue ultrasonique ne s'applique pas aux matériaux visco-élastiques comme les polymères par exemple qui ne vibrent pas convenablement (voir figure 2.3).

En toute rigueur, comme les éprouvettes et certaines sonotrodes sont dimensionnées avec un modèle vibratoire 1D de poutre (voir section 2.3.1) il n'est pas trivial que leurs fréquences de vibration expérimentales soient précisément de 20000 Hz. Cela ne pose pas de problèmes car le système a un intervalle de tolérance de quelques centaines de hertz. Dans le cas des essais de fatigue ultrasonique, c'est l'amplitude de déplacement en sortie de sonotrode u_S qui est imposée ce qui revient à travailler à déformation totale imposée. De ce fait, la vibration de l'éprouvette est stable et il n'y a pas d'emballement. C'est en jouant sur le paramètre u_S que l'amplitude de contrainte souhaitée au centre des éprouvettes est obtenue.

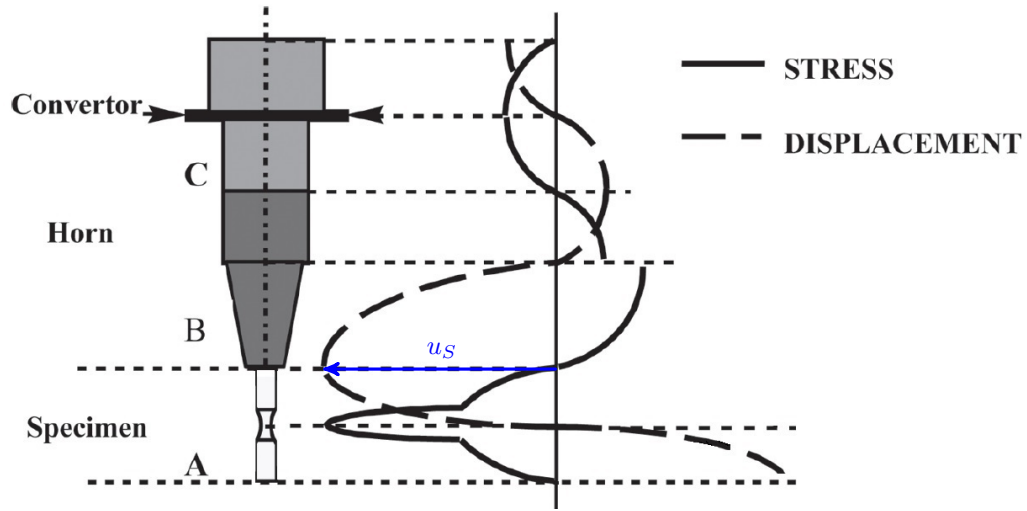
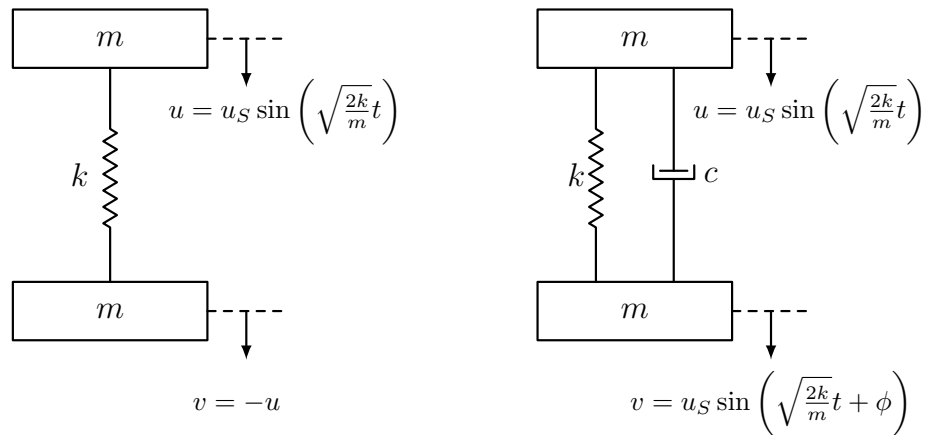


Figure 2.2 – Allures des amplitudes de déplacement et de contrainte dans le système en régime permanent. Adapté de [Bathias & Paris, 2005].



(a) Modèle rhéologique d'une éprouvette de fatigue ultrasonique constituée d'un matériau élastique. Pour une excitation de pulsation $\omega = \sqrt{\frac{2k}{m}}$ les masses vibrent en opposition de phase.

(b) Modèle rhéologique d'une éprouvette de fatigue ultrasonique constituée d'un matériau visco-élastique. Pour une excitation de pulsation $\omega = \sqrt{\frac{2k}{m}}$ les vibrations des masses sont déphasées de $\phi = -2 \arctan\left(\frac{\sqrt{2}c}{\sqrt{m}\sqrt{k}}\right)$.

Figure 2.3 – Vibrations en régime permanent dans le cas d'une loi de comportement élastique et visco-élastique. Adapté de [Pascal, 2008a].

Afin de pouvoir appliquer au centre des éprouvettes une gamme d'amplitudes de contrainte étendue, trois modèles de sonotrodes sont disponibles. Dans ce travail de thèse nous n'utiliserons que la sonotrode basse amplification (ou atténuation) appropriée pour les métaux à faibles propriétés mécaniques comme le cuivre. Chaque sonotrode est caractérisée par son coefficient d'amplification η défini comme le rapport de l'amplitude du déplacement en sortie de sonotrode u_S par celle en entrée. Le tableau 2.2 précise pour la sonotrode utilisée la gamme de contrainte associée ainsi que la valeur du coefficient d'amplification (il a été calculé numériquement, voir section 2.3.1). Comme vu précédemment, la fréquence de vibration f_S de l'ensemble {piézoélectrique + sonotrode}, qui sera appelée fréquence de vibration de la machine à vide diffère légèrement de 20000 Hz et varie d'une sonotrode à l'autre. Cette fréquence obtenue par lecture directe sur l'interface de la machine est mentionnée dans le tableau 2.2. Pour plus de précision, il est préférable de travailler avec ces fréquences lors de l'étape de dimensionnement des éprouvettes.

Sonotrode	Basse amplification
f_S (en Hz)	$\simeq 19900$
η	0,66
Gamme de contrainte au centre (en MPa)	40 – 250

Tableau 2.2 – Caractéristiques de la sonotrode utilisée. Les contraintes au centre sont données à titre indicatif puisqu'elles dépendent de la géométrie des éprouvettes. Ces valeurs de contrainte ont été calculées pour une géométrie standard cylindrique.

Concernant l'interface de la machine, les paramètres d'entrée à renseigner avant essai sont le modèle de sonotrode et l'amplitude de déplacement u_S à imposer en sortie de sonotrode. Les sorties sont la fréquence de vibration du système et le nombre de cycles.

2. Mise en oeuvre des essais

Maîtrise des contraintes dans les éprouvettes Pour maîtriser au mieux la contrainte dans les éprouvettes il faut construire avant chaque campagne d'essai la courbe de calibration de la machine qui représente la contrainte au centre de l'éprouvette en fonction de l'amplitude de vibration appliquée u_S (voir figure 2.4). Comme le comportement de l'éprouvette est considéré élastique à l'échelle macroscopique la contrainte au centre est estimée avec la loi de HOOKE 1D à partir de mesures de déformations avec une éprouvette instrumentée par des jauges (montage en pont complet).

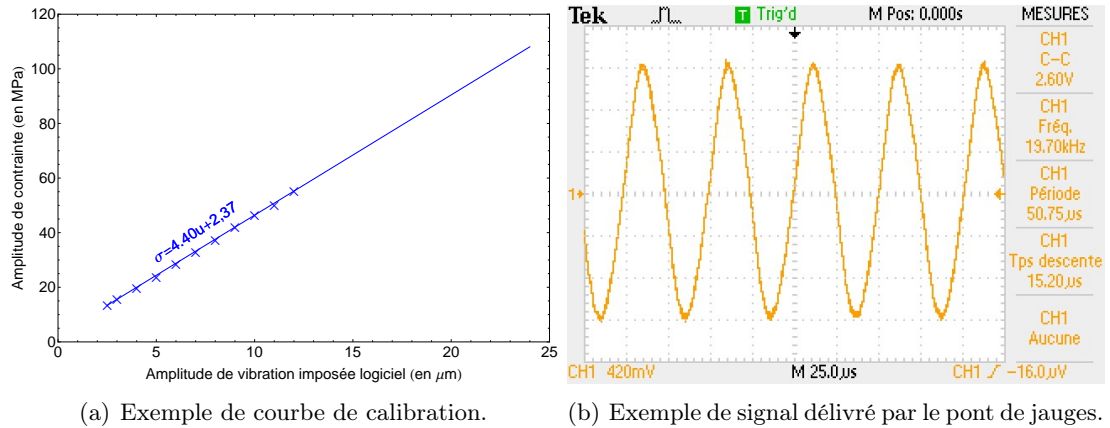


Figure 2.4 – Calibration de la machine de fatigue ultrasonique. La courbe de calibration est construite à partir de plusieurs points de mesure pour de faibles amplitudes de contraintes. Ainsi l'échauffement des éprouvettes est négligeable et il n'est pas nécessaire d'utiliser un système de refroidissement celui-ci pouvant perturber les mesures de déformations.

Détection de fissure Quand l'éprouvette testée s'endommage certaines liaisons atomiques se rompent et sa rigidité donc son module de YOUNG diminuent. Pour modéliser ce phénomène on introduit un module de YOUNG du matériau endommagé : $\tilde{E} = (1 - D)E$ où D est la variable d'endommagement qui varie de 0 quand le matériau n'est pas endommagé à 1 après rupture. Nous verrons plus tard que quand le module de YOUNG diminue, la fréquence de vibration de l'éprouvette décroît et la fréquence de vibration de l'ensemble peut alors sortir de la l'intervalle de tolérance de la machine qui s'arrête.

Refroidissement des éprouvettes À une fréquence de travail de 20000 Hz les éprouvettes s'échauffent. Pour s'affranchir des effets de la température et réaliser des essais à des températures proches de l'ambiante deux solutions sont possibles. La première est d'utiliser un système de refroidissement par convection forcée pendant les essais. La seconde consiste à travailler avec une machine ultrasonique spécifique dite à pulses ; celle-ci applique le chargement par blocs et l'éprouvette est refroidie par convection libre ou forcée entre deux blocs (voir figure 2.5). Le PIMM s'est doté d'une machine de fatigue ultrasonique « classique » car elle présente plusieurs avantages : le chargement est appliqué en continu, la durée du régime transitoire est donc plus courte et le comptage du nombre de cycles est moins subjectif (pour les machines à pulses le nombre de cycles est compté quand l'amplitude de contrainte appliquée est supérieure à un certain pourcentage de la valeur de consigne). Un système de refroidissement a été conçu ; il se compose de pistolets disposés autour de l'éprouvette qui soufflent de l'air glacé à une température d'environ $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ (voir figure 2.1). Les températures des éprouvettes refroidies ont été mesurées par caméra infrarouge, ce point est abordé plus loin.

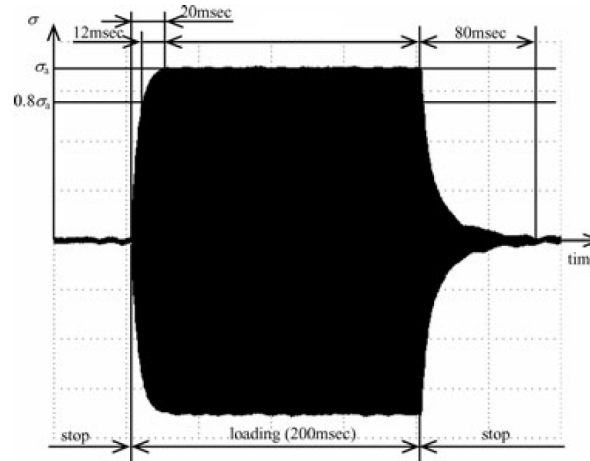


Figure 2.5 – Exemple de bloc de chargement pour une machine de fatigue ultrasonique à pulses. Adapté de [Tsutsumi et al., 2009].

Durée et caractéristiques du régime transitoire : voir ci-après.

3. Propagation d'ondes et vibrations – Du régime transitoire au régime permanent

Quand le convertisseur piézoélectrique commence à vibrer, il crée une onde qui se propage dans la sonotrode. Cette onde va interagir avec toutes les interfaces qu'elle va rencontrer, c'est-à-dire avec les interfaces sonotrode/éprouvette et éprouvette/air. En s'appuyant sur des résultats de calculs en élasticité (les hypothèses de calcul sont identiques à celles du point 4. page suivante) il apparaît que [Dieulesaint & Royer, 1996] :

- à l'interface sonotrode/éprouvette, l'onde est totalement transmise de la sonotrode à l'éprouvette,
- à l'interface éprouvette/air, l'onde est totalement réfléchie dans l'éprouvette,
- de retour à l'interface sonotrode/éprouvette, l'onde est totalement transmise de l'éprouvette à la sonotrode,
- l'onde reste longitudinale (sous l'hypothèse d'incidence normale), l'amplitude de l'onde est constante (l'atténuation n'est pas prise en compte) et sa célérité dépend du milieu dans lequel elle se propage et vaut en négligeant l'effet POISSON $c = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$.

En régime permanent, le champ de déplacement au sein de l'éprouvette est donc la somme du champ créé par l'onde incidente et de celui créé par l'onde réfléchie. À titre d'exemple, dans le cas d'une éprouvette de section constante ces champs s'écrivent respectivement :

$$\vec{U}_i(x, t) = \frac{u_S}{2} \sin(\omega_S t - kx) \vec{x} \quad \text{et} \quad \vec{U}_r(x, t) = \frac{u_S}{2} \sin(\omega_S t + kx) \vec{x}$$

où $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ désigne le nombre d'onde et λ la longueur d'onde. Le champ de déplacement total vaut donc :

$$\vec{U}(x, t) = u_S \cos(kx) \sin(\omega_S t) \vec{x}$$

Ce champ de déplacement est caractéristique d'une onde stationnaire ; comme la variable de temps t et d'espace x sont séparées certains points ont une amplitude de vibration nulle. En d'autres termes, en régime permanent il n'y a plus de propagation. Dans notre cas, le noeud de vibration doit être situé au centre de l'éprouvette et les ventres aux extrémités, il faut donc la longueur L de l'éprouvette de section constante vérifie $L = \frac{\lambda}{2}$ ce qui s'écrit également $L = \frac{1}{2f_S} \sqrt{\frac{E}{\rho}}$ (voir point 4. ci-après).

La durée du régime transitoire correspond au temps nécessaire pour que l'onde stationnaire s'établisse et que l'amplitude de vibration appliquée à l'éprouvette atteigne la valeur de consigne u_S . Celle-ci est atteinte progressivement sans dépassement afin d'éviter toute surcharge. Des mesures de déplacements par interférométrie LASER permettent d'estimer la durée du régime transitoire à 50 ms soit 10^3 cycles [Phung, 2012].

4. Exemple de calcul analytique des modes de vibration – Estimation d'un module de YOUNG

Les modes de vibration d'une structure dépendent de 3 facteurs : de sa géométrie, de son matériau et de ses liaisons avec le milieu extérieur (libre, encastrement, appui...). Étudions en régime permanent les modes de vibration d'une structure simple : une éprouvette homogène, cylindrique, de section circulaire et constante S , de longueur L et libre à ses deux extrémités.

Cas de la vibration en traction-compression

Dans un premier temps les équations seront établies dans le cas général pour un solide de section variable car ces équations seront utiles ultérieurement pour dimensionner les éprouvettes de fatigue ultrasonique (voir section 2.3.1). Les liaisons avec le milieu extérieur seront supposées quelconques. Dans un second temps l'étude sera restreinte à un cylindre de section constante circulaire et libre à ses extrémités.

Les déplacements dans une section droite sont considérés homogènes et dirigés suivant l'axe du solide (hypothèse de NAVIER & BERNOULLI). L'étude de la vibration du solide est donc ramenée à un problème unidimensionnel suivant la direction du vecteur unitaire \vec{x} (voir figure 2.6). Les déplacements et les déformations sont supposés petits ; on travaille dans le cadre de l'hypothèse des petites perturbations (HPP). Les déplacements ou les efforts de contact sont appliqués au niveau des liaisons avec le milieu extérieur c'est-à-dire aux sections d'abscisse $x = 0$ et $x = L$.

Le principe des puissances virtuelles stipule que la puissance virtuelle des quantités d'accélération est la somme des puissances virtuelles des efforts extérieurs et des efforts intérieurs [Lemaitre et al., 2009] :

$$\forall v^*(x, t), \forall t \quad \mathcal{P}_{\text{acc}}^*(t) = \mathcal{P}_{\text{ext}}^*(t) + \mathcal{P}_{\text{int}}^*(t) \quad (2.1)$$

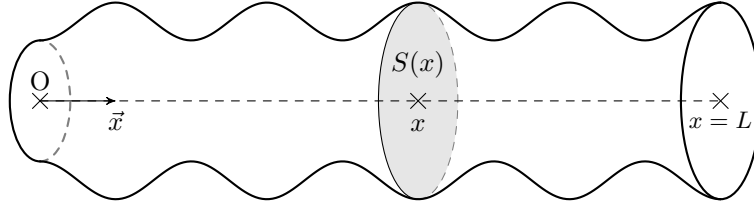


Figure 2.6 – Exemple de solide de section variable.

où $v^*(x, t)$ désigne le champ de vitesse virtuel.

La puissance virtuelle des quantités d'accélération s'écrit :

$$\mathcal{P}_{\text{acc}}^*(t) = \int_0^L \rho \frac{\partial^2 U(x, t)}{\partial t^2} v^*(x, t) S(x) dx$$

En négligeant les forces de volume (donc l'action de la gravité) la puissance virtuelle des efforts extérieurs vaut :

$$\mathcal{P}_{\text{ext}}^*(t) = -S(0)\sigma(0, t)v^*(0, t) + S(L)\sigma(L, t)v^*(L, t)$$

Et celle des efforts intérieurs :

$$\mathcal{P}_{\text{int}}^*(t) = - \int_0^L \sigma(x, t) \frac{\partial v^*(x, t)}{\partial x} S(x) dx$$

En intégrant par partie cette dernière équation, l'équation (2.1) peut s'écrire :

$$\int_0^L \rho \frac{\partial^2 U}{\partial t^2} v^* S(x) dx = \int_0^L v^* \left(\frac{\partial \sigma}{\partial x} S(x) + \sigma S'(x) \right) dx$$

Pour une loi de comportement de type élastique linéaire $\sigma = E\epsilon$ avec $\epsilon = \frac{\partial U}{\partial x}$ (en HPP) ce qui conduit à l'équation de l'équilibre local vérifiée par U :

$$\frac{\partial^2 U}{\partial t^2} S(x) = \frac{E}{\rho} \left(\frac{\partial^2 U}{\partial x^2} S(x) + \frac{\partial U}{\partial x} S'(x) \right) \quad (2.2)$$

Dans le cas particulier d'un cylindre de section constante on retrouve l'équation de d'ALEMBERT :

$$\frac{\partial^2 U}{\partial t^2} = c^2 \frac{\partial^2 U}{\partial x^2} \quad (2.3)$$

où $c = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$ désigne la célérité des ondes longitudinales (pour un modèle 1D). En régime permanent on cherche des solutions de type onde stationnaire :

$$U(x, t) = u(x) \sin(\omega t) \quad (2.4)$$

En injectant (2.4) dans (2.3) on trouve l'équation différentielle vérifiée par u :

$$u'' + \frac{\omega^2}{c^2}u = 0$$

Ce problème peut-être résolu de façon analytique, les solutions sont de la forme :

$$u(x) = A \cos\left(\frac{\omega}{c}x\right) + B \sin\left(\frac{\omega}{c}x\right)$$

avec A et B deux constantes d'intégration.

Si le cylindre est libre à ses extrémités les efforts y sont nuls à tout instant, ce qui se traduit par $u'(0) = u'(L) = 0$. Il vient donc :

$$\omega_n = n \frac{\pi}{L} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad n \in \mathbb{N}^* \quad \text{et} \quad u_n(x) = A \cos\left(\frac{n\pi}{L}x\right) \quad (2.5)$$

Les fréquences propres du cylindre sont donc $f_n = \frac{\omega_n}{2\pi}$ et les modes propres associés sont donnés par les fonctions $u_n(x)$.

Il faut souligner que le module de YOUNG est supposé indépendant de la vitesse de déformation. Cette hypothèse a été vérifiée à partir d'essais quasi-statiques pour des vitesses de déformation allant de 10^{-4} s^{-1} à 10 s^{-1} . Pour les calculs le module de YOUNG pourra être identifié à partir d'un essai de traction quasi-statique ou d'un essai vibratoire, ce point est abordé page suivante.

Cas de la vibration en torsion et flexion

Les équations régissant la vibration en torsion ou en flexion s'obtiennent de manière analogue. Dans le cas d'un cylindre de section circulaire et constante il vient :

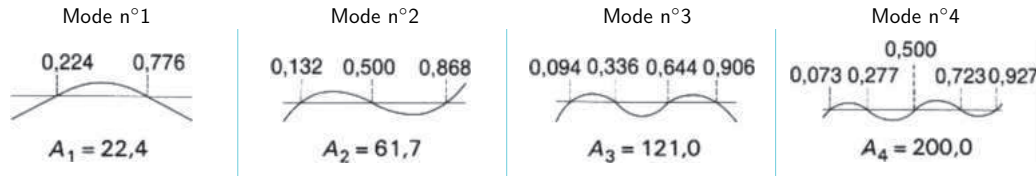
$$\rho \frac{\partial^2 \theta}{\partial t^2} = G \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \quad \text{et} \quad EI \frac{\partial^4 v}{\partial x^4} = \rho S \frac{\partial^2 v}{\partial t^2}$$

avec θ l'angle de torsion, v le déplacement radial, G le module de cisaillement et I le moment quadratique.

Pour la torsion la résolution est identique au cas traction-compression. Dans le cas libre-libre il vient :

$$\omega_n = n \frac{\pi}{L} \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad \text{et} \quad \theta_n(x, t) = A \cos\left(\frac{n\pi}{L}x\right) \sin(\omega_n t)$$

Pour la flexion la résolution est moins aisée que dans les cas précédents. Dans le cas libre-libre 4 conditions aux limites sont nécessaires ; les efforts et moment sont nuls aux extrémités du cylindre (donc de même pour la courbure) ce qui se traduit par



Les pulsations propres sont données par la relation :

$$\omega_i = A_i \sqrt{\frac{EI}{\mu \ell^4}}$$

avec A_i valeurs données dans le tableau,
 E module d'Young,
 I moment quadratique de la section droite par rapport à la fibre neutre,
 ℓ longueur de la poutre,
 μ masse linéique de la poutre.

Figure 2.7 – Premières pulsations propres et modes propres associés en flexion d'un cylindre de section constante pour des conditions aux limites libre-libre [Plusquellec, 2004].

$\left(\frac{\partial^3 v}{\partial x^3}\right)_{x=0,L} = 0 = \left(\frac{\partial^2 v}{\partial x^2}\right)_{x=0,L}$. Les premières pulsations propres et les modes associés sont donnés sur la figure 2.7.

Le rapport des pulsations des modes propres donnent :

$$\frac{\omega_n(\text{traction})}{\omega_n(\text{torsion})} = \sqrt{\frac{E}{G}} \quad \forall n \quad \text{et} \quad \frac{\omega_n(\text{flexion})}{\omega_n(\text{torsion})} \simeq 3,6 \frac{R}{L} \sqrt{\frac{E}{G}} \quad \text{pour } n = 1$$

Pour une éprouvette de fatigue suffisamment élancée on peut s'attendre à voir apparaître en augmentant la fréquence les modes de flexion et de torsion puis ceux de traction.

Estimation d'un module de YOUNG

Une des méthodes pour estimer le module de YOUNG d'un matériau consiste à faire vibrer une éprouvette cylindrique de section constante suivant son premier mode de traction-compression. Pour cela, le cylindre est monté sur la machine de fatigue ultrasonique et est excité à la fréquence f_S par une amplitude de déplacement u_S suffisamment faible pour que le comportement du cylindre reste élastique. Pour s'assurer que le cylindre vibre précisément à la fréquence f_S sa longueur est déterminée expérimentalement ; elle doit être ajustée au tour à usiner pour que la fréquence de vibration de l'ensemble {piézo + sonotrode + cylindre} soit égale à f_S . La fréquence de vibration du cylindre, sa longueur et ses propriétés matériaux sont liées par l'équation (2.5) qui donne pour $n = 1$:

$$L = \frac{1}{2f_S} \sqrt{\frac{E}{\rho}}$$

E peut être calculé connaissant f_S et en mesurant L et ρ . Il faut rappeler que ce calcul est fondé sur l'hypothèse que le module de YOUNG ne dépend pas de la vitesse de déforma-

tion. Dans le cas du cuivre $E \simeq 127,9$ GPa, nous retiendrons donc la valeur de 130 GPa dans les calculs, ce qui est cohérent avec [Stanzl-Tschegg et al., 2007]. Aux incertitudes de mesure près, cette valeur est sensiblement identique à celle obtenue par un essai de traction quasi-statique (ce point sera abordé au chapitre 3).

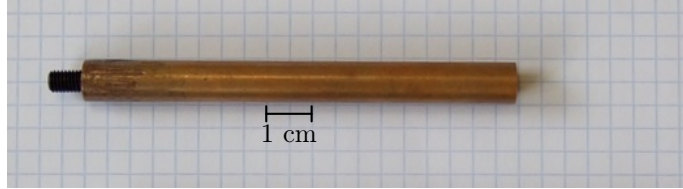


Figure 2.8 – Cylindre en cuivre utilisé pour estimer le module de YOUNG.

2.2.2 Essais de fatigue à basses fréquences

Les essais de fatigue à basse fréquence ont été réalisés pour des fréquences de 10, 20 et 100 Hz. Les essais à basse fréquence ont été conduits sur deux machines électromagnétiques : un vibrophore et une machine Bose dont les caractéristiques principales sont présentées tableau 2.3. Leur principe de fonctionnement est analogue : l'éprouvette est encastrée d'un côté et est soumise à déplacement sinusoïdal de l'autre (voir figure 2.9). La fréquence de sollicitation n'est pas nécessairement l'une des fréquences propres de l'éprouvette c'est pourquoi on parle de vibration forcée par opposition à la vibration libre en fatigue ultrasonique.

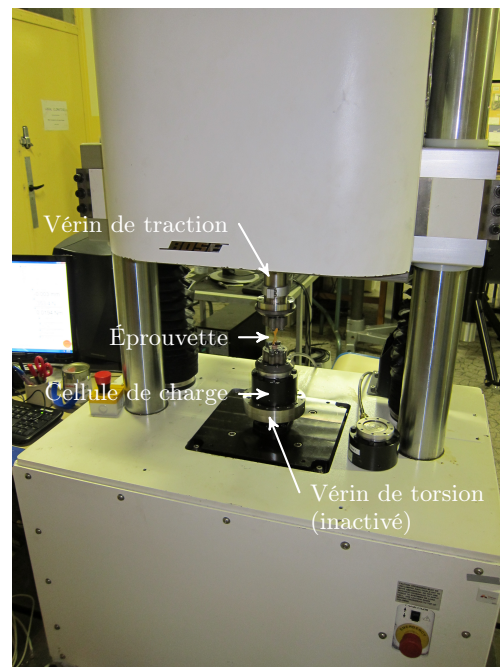
Les essais sont réalisés à force imposée ce qui revient à travailler à contrainte imposée si l'on suppose que la section utile mesurée avant chaque essai n'évolue pas. La valeur de consigne en force est atteinte sans dépassement. Comme pour les essais ultrasoniques, la détection de fissure est fondée sur la perte de rigidité de l'éprouvette. Le refroidissement des éprouvettes n'est pas nécessaire car leurs échauffements sont négligeables sur les plages de contrainte appliquées (ce point sera abordé au chapitre 4).

Machine	Vibrophore	Bose
Fréquence (en Hz)	Réglable à quelques Hertz près : 50 – 200	Réglable 0,1 – 150
Incertitude sur la force (en N)	± 10	± 5
Incertitude maximale sur la contrainte (en MPa)	± 5	± 4
Durée du régime transitoire	$10\text{ s} \Leftrightarrow \simeq 10^3\text{ cycles}$	

Tableau 2.3 – Caractéristiques des machines de fatigue pour les essais à basse fréquence.



(a) Vibrophore.



(b) Bose.

Figure 2.9 – Machines de fatigue pour les essais à basse fréquence.

2.3 Dimensionnement des éprouvettes et validation

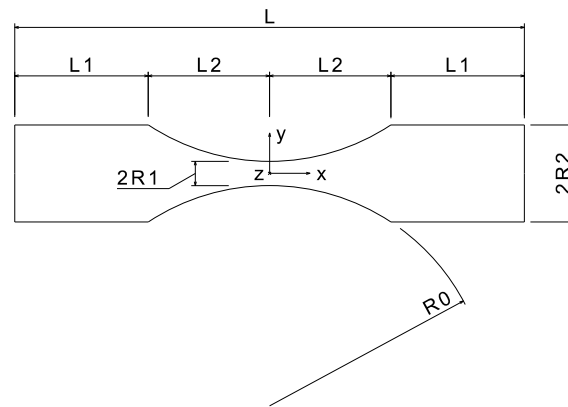
2.3.1 Cas des éprouvettes de fatigue ultrasonique

1. Géométries d'éprouvettes et méthode générale

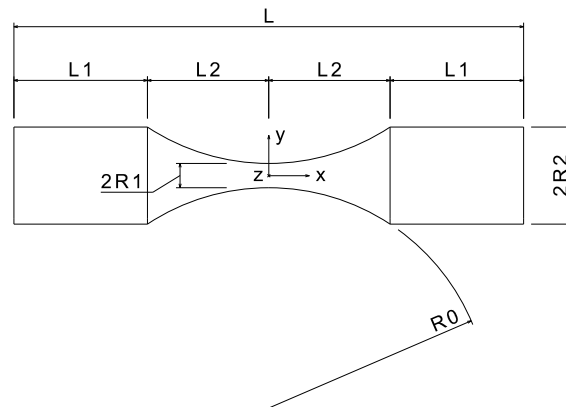
Les éprouvettes de fatigue ultrasonique sont composées de deux têtes de section constante et d'une zone de section variable à profil circulaire afin de concentrer les contraintes au centre des éprouvettes. Deux géométries d'éprouvettes sont principalement utilisées : cylindrique et plate. La première géométrie est destinée à la construction des courbes de WÖHLER et la seconde à l'observation et à la caractérisation des mécanismes de microplasticité. Ces choix s'expliquent par le fait que les éprouvettes plates ont l'avantage de faciliter les observations MEB et EBSD, en revanche au niveau des coins les polissages ne sont pas uniformes et il peut subsister de petits défauts qui tendent à réduire légèrement la durée de vie de l'éprouvette. Les paramètres géométriques des éprouvettes sont précisés sur les figures 2.10a et b.

Chaque géométrie a un système de fixation permettant d'assurer le contact entre les éprouvettes et les sonotrodes. Dans le cas des éprouvettes plates on vient braser sur l'éprouvette une fixation composée d'une tige filetée d'un côté et d'une mâchoire de l'autre (voir figure 2.11a). Dans le cas des éprouvettes cylindriques une tige filetée est directement usinée avec l'éprouvette (voir figure 2.11b).

La méthode générale de dimensionnement est la même pour les deux géométries et est exposée figure 2.12.



(a) Éprouvette plate d'épaisseur e .



(b) Éprouvette cylindrique.

Figure 2.10 – Géométries des éprouvettes de fatigue ultrasonique (les systèmes de fixation aux sonotrodes ne sont pas représentés).



(a) Éprouvette plate en cuivre.



(b) Éprouvette cylindrique en cuivre.

Figure 2.11 – Éprouvettes de fatigue ultrasonique et leur système de fixation.

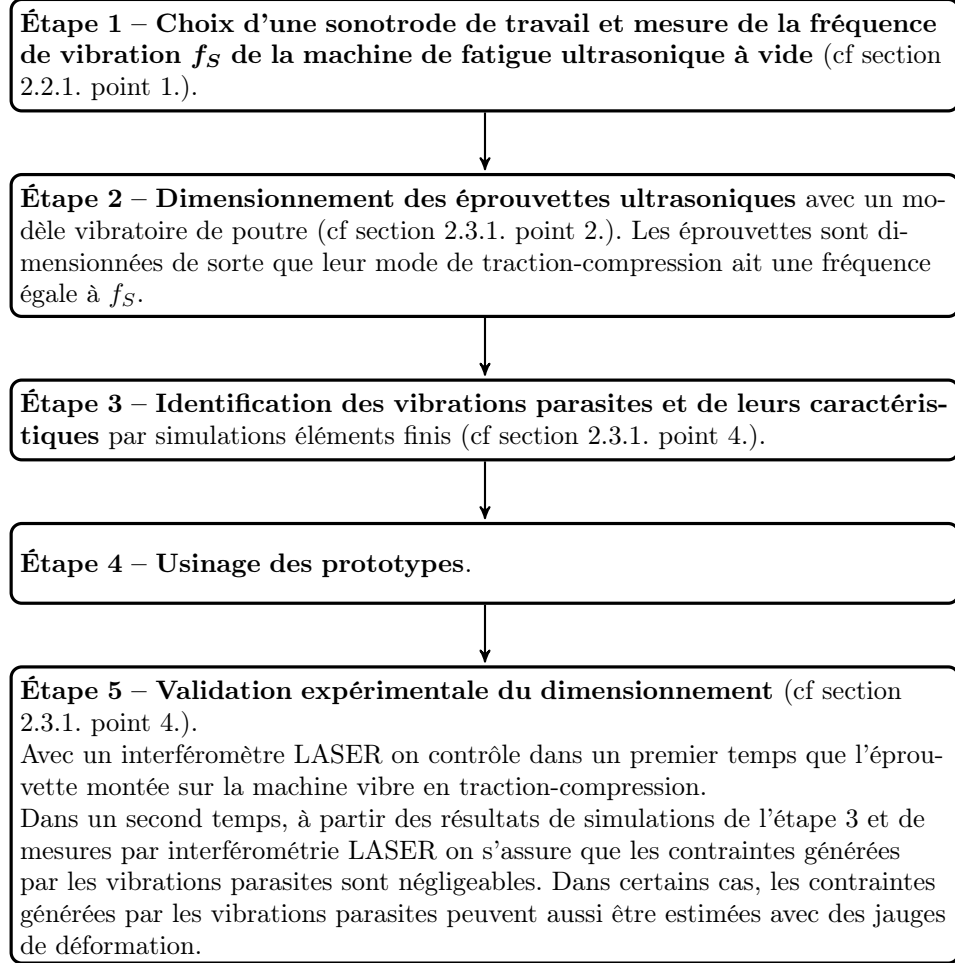


Figure 2.12 – Méthode de dimensionnement des éprouvettes de fatigue ultrasonique.

2. Dimensionnement

L'étape préliminaire au dimensionnement consiste à choisir la sonotrode de travail appropriée et à mesurer la fréquence de vibration f_S de la machine à vide c'est-à-dire de l'ensemble {piézoélectrique + sonotrode}. Cette mesure qui se fait par simple lecture sur l'interface de la machine est nécessaire pour connaître la fréquence précise pour laquelle l'éprouvette doit vibrer. Vient ensuite le dimensionnement proprement dit. Celui-ci est fondé sur un modèle de poutre 1D et est réalisé avec un programme codé sous Mathematica. Ce programme ne permet de traiter que le cas des vibrations de traction-compression. Le principe de calcul est le suivant : on fixe toutes les dimensions des éprouvettes excepté L_1 et l'on joue sur cette dernière par itérations jusqu'à ce que le premier mode de traction-compression ait une fréquence égale à f_S . Le programme donne accès à la longueur L_1 et aux profils des amplitudes de déplacement, de déformation et de contrainte dans les éprouvettes.

Mise en équation du problème

La première étape consiste à mettre en équation le problème. D'après la section 2.2.1 l'équation de l'équilibre local s'écrit (équation (2.2)) :

$$\frac{\partial^2 U}{\partial t^2} S(x) = \frac{E}{\rho} \left(\frac{\partial^2 U}{\partial x^2} S(x) + \frac{\partial U}{\partial x} S'(x) \right)$$

En régime permanent on cherche une solution de type onde stationnaire :

$$U(x, t) = u(x) \sin(\omega_S t)$$

Ce qui conduit à l'équation différentielle vérifiée par u :

$$u''(x) + \frac{S'(x)}{S(x)} u'(x) + \frac{\omega_S^2}{c^2} u(x) = 0 \quad (2.6)$$

Concernant les conditions aux limites, l'éprouvette est libre à ses extrémités ce qui se traduit par : $u'(-\frac{L}{2}) = 0$ et $u'(\frac{L}{2}) = 0$. De plus, en $x = -\frac{L}{2}$ la sonotrode impose un déplacement d'amplitude u_S . Deux méthodes de résolution peuvent être mises en oeuvre : analytique ou numérique.

Résolution

Il est possible de résoudre analytiquement l'équation (2.6) pour les deux géométries en posant certaines hypothèses :

- les dispositifs de fixation des éprouvettes aux sonotrodes ne sont pas pris en compte dans le calcul,
- le profil de la partie centrale est assimilé à un profil en cosinus hyperbolique dans le cas des éprouvettes cylindriques,

- le profil de la partie centrale est assimilé à un profil exponentiel dans le cas des éprouvettes plates.

La résolution donne accès à la longueur L_1 et aux profils des amplitudes de déplacement, de déformation et de contrainte dans les éprouvettes [Bathias & Paris, 2005].

Il est aussi possible de résoudre numériquement l'équation (2.6). L'avantage de cette méthode par rapport à la précédente réside dans le fait que l'on peut s'affranchir des 3 hypothèses faites précédemment et notamment travailler pour un profil circulaire. C'est donc cette méthode de résolution qui a été mise en oeuvre. Dans le cas des éprouvettes plates le système de fixation aux sonotrodes est pris en compte dans le calcul car il rajoute de la masse à l'extrémité des éprouvettes.

L'axe des x est discrétisé en $2n$ intervalles de longueur Δx . En chaque noeud i , $i \in \{1, 2n+1\}$, l'abscisse, le déplacement, la dérivée 1^{ère} et 2^{de} du déplacement sont notés respectivement x_i , u_i , u'_i et u''_i . L'utilisation des différences finies à l'ordre 2 permet de discrétiser l'équation (2.6) et de mettre le problème sous la forme d'un système linéaire du type $[A]\{u\} = \{B\}$.

Les expressions des dérivées discrétisées sont les suivantes :

- dérivée seconde centrée :

$$u''_i = \frac{u_{i+1} + u_{i-1} - 2u_i}{\Delta x^2} \quad (2.7)$$

- dérivée première centrée :

$$u'_i = \frac{u_{i+1} - u_{i-1}}{2\Delta x} \quad (2.8)$$

- dérivée première à gauche :

$$u'_i = \frac{4u_{i-1} - u_{i-2} - 3u_i}{2\Delta x} \quad (2.9)$$

En utilisant les équations (2.7) et (2.8), l'équation (2.6) peut se mettre sous la forme :

$$\alpha u_i + \beta_i u_{i+1} + \gamma_i u_{i-1} = 0$$

avec :

$$\alpha = -\frac{2}{\Delta x^2} + \frac{\rho \omega_S^2}{E} \quad \beta_i = \frac{1}{\Delta x^2} + \frac{S_{i+1} - S_{i-1}}{4S_i \Delta x^2} \quad \gamma_i = \frac{1}{\Delta x^2} - \frac{S_{i+1} - S_{i-1}}{4S_i \Delta x^2}$$

Il reste à ajouter les conditions aux limites :

- au noeud $i = 1$ d'abscisse $x = -\frac{L}{2}$ le déplacement u_1 est égal au déplacement u_S imposé par la sonotrode,
- au noeud $i = 2n + 1$ d'abscisse $x = \frac{L}{2}$ la contrainte est nulle, soit avec (2.9) : $4u_{2n} - u_{2n-1} - 3u_{2n+1} = 0$.

La dernière condition stipulant que la contrainte est nulle au noeud $i = 1$ n'est volontairement pas ajoutée pour garder un degré de liberté pour pouvoir trouver L_1 .

Cela revient à résoudre :

$$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & 0 \\ \gamma_2 & \alpha & \beta_2 & 0 & 0 & & & & & & \vdots \\ 0 & \gamma_3 & \alpha & \beta_3 & 0 & & & & & & \vdots \\ \vdots & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & & & & & & \vdots \\ \vdots & & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & & & & & \vdots \\ \vdots & & & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & & & & \vdots \\ \vdots & & & & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & & & \vdots \\ \vdots & & 0 & & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & & \vdots \\ \vdots & & & & & 0 & \gamma_{2n-1} & \alpha & \beta_{2n-1} & 0 & \vdots \\ \vdots & & & & & 0 & 0 & \gamma_{2n} & \alpha & \beta_{2n} & \vdots \\ 0 & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & 0 & 0 & -1 & 4 & -3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \\ u_3 \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ u_{2n-1} \\ u_{2n} \\ u_{2n+1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} u_S \\ 0 \\ 0 \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Sous réserve que la matrice $[A]$ soit inversible (son déterminant doit être différent de 0 ce qui devrait toujours être le cas en pratique) ce système linéaire admet pour solution $\{u\} = [A]^{-1}\{B\}$. De là, les contraintes aux noeuds sont :

$$\sigma_i = \begin{cases} E \left(\frac{u_{i+1} - u_{i-1}}{2\Delta x} \right) & \text{si } i \in \{2, 2n\} \\ E \left(\frac{4u_2 - u_3 - 3u_1}{2\Delta x} \right) & \text{si } i = 1 \\ E \left(\frac{4u_{2n} - u_{2n-1} - 3u_{2n+1}}{2\Delta x} \right) & \text{si } i = 2n + 1 \end{cases}$$

et les déformations :

$$\epsilon_i = \frac{\sigma_i}{E} \quad \forall i$$

Pour déterminer la longueur L_1 il suffit de procéder par itérations jusqu'à ce que la contrainte σ_1 au noeud 1 d'abscisse $x = -\frac{L}{2}$ soit proche de 0.

Une fois les dimensions déterminées, il reste à vérifier que la contrainte critique d'EULER σ_f pour le premier mode de flambement est inférieure à la contrainte maximale susceptible d'être appliquée à l'éprouvette. Pour simplifier le calcul on suppose que la zone sensible au flambement correspond à la zone où la section est variable. Celle-ci est assimilée à un cylindre de section constante S égale à la plus petite section de l'éprouvette, de longueur $2L_2$, de moment quadratique I et soumis à un effort normal constant. Pour se placer dans le cas le plus défavorable, ce cylindre est considéré bi-rotulé. Sous

ces hypothèses, la contrainte critique d'EULER vaut :

$$\sigma_f = \frac{\pi^2 EI}{4L_2^2 S}$$

En conclusion, les variables d'entrées du calcul sont :

- la fréquence de vibration de la sonotrode $f_S = \frac{\omega_S}{2\pi}$.
- les propriétés matériau E et ρ .
- les dimensions R_1 , R_2 , L_2 auxquelles s'ajoute e dans le cas des éprouvettes plates.
- la variable n relative au nombre de noeuds. Une étude de convergence montre que la convergence du calcul est très rapide en augmentant le nombre de noeuds ; le programme donne des résultats précis à partir de $n = 20$ soit 41 noeuds.
- le déplacement u_S . Il faut noter que les déplacements, les déformations et les contraintes aux noeuds sont directement proportionnels à u_S . Le choix de ce dernier n'a aucune influence sur le résultat du calcul de L_1 , c'est pourquoi on prendra typiquement $u_S = 1 \mu\text{m}$.

Les sorties sont :

- la longueur L_1 .
- les profils des amplitudes de déplacement, de déformation et de contrainte le long de l'éprouvette ultrasonique. Pour la calibration de la machine il est intéressant de relever la valeur absolue de la constante λ définie comme le rapport de la contrainte au centre et du déplacement u_S .
- la contrainte critique d'EULER σ_f .

3. Dimensions et caractéristiques des éprouvettes ultrasoniques

Les dimensions des éprouvettes ultrasoniques ont été fixées de la façon suivante :

- R_1 a été fixé à 1,5 mm pour toutes les éprouvettes (valeur assez courante dans la littérature). Ce choix s'explique par le fait que les éprouvettes ne doivent pas être trop massives pour limiter leur échauffement en cours d'essai avec un système de refroidissement.
- R_2 est fonction de l'épaisseur des tôles dans lesquelles sont prélevées les éprouvettes (voir chapitre 3).
- L_2 est fixé en général à environ 15 mm.

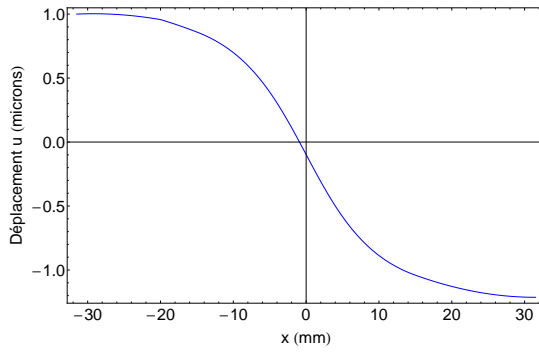
Les dimensions et les caractéristiques des éprouvettes en cuivre figurent dans le tableau 2.4. Les profils de déplacement et de contrainte pour chaque éprouvette sont tracés figure 2.13.

Le tableau 2.4 mentionne deux coefficients qui n'ont pas été définis jusqu'à présent. Le coefficient κ sera défini section 2.3.2 lors du dimensionnement des éprouvettes basse fréquence. Quant au coefficient K_t il s'agit du coefficient de concentration de contrainte.

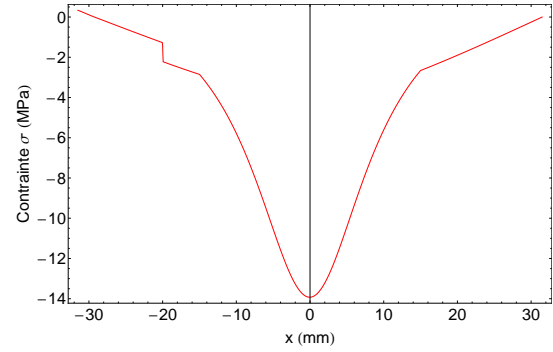
Matériau	Cuivre $E = 130 \text{ GPa}$ $\rho = 8920 \text{ kg.m}^{-3}$	
Sonotrode utilisée	Basse amplification	
Fréquence de vibration f_S (en Hz)	$\simeq 19900$	
Géométrie	Plate	Cylindrique
R_0 (en mm)	27,25	31
R_1 (en mm)	1,5	1,5
R_2 (en mm)	6	5
L_1 (en mm)	16,5	7,36
L_2 (en mm)	15	14,31
e (en mm)	2	-
λ (en MPa/ μm)	-14	-20
κ (en MPa.m ⁻² . μm^{-1})	$3,56.10^5$	$8,89.10^5$
σ_f (en MPa)	475	880
K_t	1,04	1,04

Tableau 2.4 – Dimensions et caractéristiques des éprouvettes de fatigue ultrasonique.

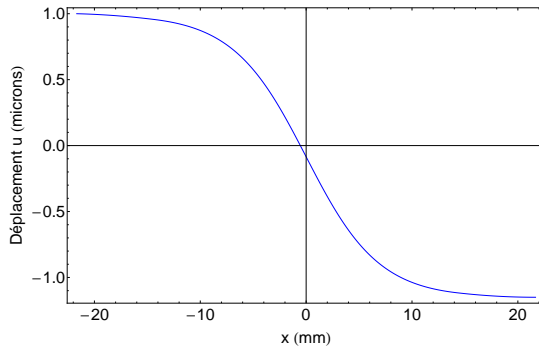
Ces concentrations de contraintes sont introduites par l'entaille circulaire de rayon R_0 au centre des éprouvettes. Par définition $K_t = \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_{\text{nom}}}$ où σ_{\max} désigne la contrainte maximale au bord de l'entaille et σ_{nom} désigne la contrainte nominale calculée avec un modèle de poutre 1D. Le coefficient K_t peut être calculé par éléments finis ou avec des abaques [Peterson, 1974]. Par convention il doit être inférieur à 1,07 afin de considérer que les concentrations de contraintes locales ont un effet négligeable sur les résultats des essais de fatigue.



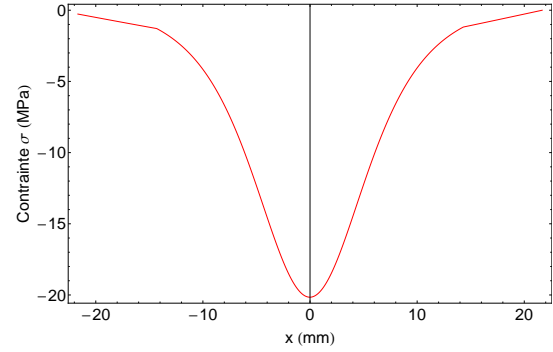
(a) Profil de l'amplitude du déplacement pour les éprouvettes plates en cuivre.



(b) Profil de l'amplitude de la contrainte pour les éprouvettes plates en cuivre ($\lambda = -14 \text{ MPa}/\mu\text{m}$). Le décrochement sur la courbe est dû au système de fixation à la sonotrode.



(c) Profil de l'amplitude du déplacement pour les éprouvettes cylindriques en cuivre.



(d) Profil de l'amplitude de la contrainte pour les éprouvettes cylindriques en cuivre ($\lambda = -20 \text{ MPa}/\mu\text{m}$).

Figure 2.13 – Profils des amplitudes du déplacement et de la contrainte pour les éprouvettes de fatigue ultrasonique calculés pour un déplacement d'amplitude $u_S = 1 \mu\text{m}$.

4. Validation

Modes de vibration parasites

Dans notre cas les modes de vibration parasites sont les modes de flexion et de torsion. Ceux-ci ne génèrent que des contraintes dynamiques, autrement dit les contraintes statiques sont nulles. Pour que ces modes de vibration apparaissent ils doivent être excités par un déplacement transverse ou un effort de cisaillement pour les modes de flexion, par une rotation ou un couple pour les modes de torsion. Les systèmes de fixation entre l'éprouvette et la sonotrode ne permettent pas d'appliquer de rotation ou de couple à l'éprouvette; nous supposons donc que les modes de torsion ne sont pas excités (de plus, dans le cas des éprouvettes cylindriques, ils ne sont pas détectables avec un interféromètre LASER). En revanche, les modes de flexion peuvent être excités, notamment si l'axe de la sonotrode et de l'éprouvette ne sont pas parallèles.

Pour connaître les fréquences et les déformées des modes de flexion, l'ensemble des modes de vibration ont été calculés avec une analyse modale menée avec le logiciel éléments finis ANSYS. Les paramètres du calcul sont les suivants :

- loi de comportement : élastique, linéaire et isotrope, de paramètres matériaux $E = 130$ GPa, $\nu = 0,33$, $\rho = 8920$ kg.m⁻³ dans le cas du cuivre.
- type et taille d'éléments : éléments tétraédriques SOLID187 de 1 mm environ (déterminé avec une étude de convergence).
- plage de fréquence balayée : jusqu'à 40000 Hz.
- algorithme de résolution : Block LANCZOS.

Les résultats de l'analyse modale sont présentés dans les tableaux 2.5 et 2.6 et dans l'annexe A ; ils permettent de vérifier les dimensionnements effectués avec le modèle 1D et de visualiser les déformées des modes de vibration parasites. Il reste à contrôler que les contraintes induites par les modes de flexion sont négligeables.

Lors des essais ultrasoniques, les modes de flexion sont excités à une fréquence d'environ 20000 Hz. En vertu du principe de décomposition dans la base modale [Pascal, 2008b], la déformée radiale de l'éprouvette $v(x, t)$ s'écrit comme une somme pondérée des déformées radiales $V_i(x)$ de chaque mode de flexion i . Cela se traduit par :

$$v(x, t) = \sum_{i=1}^{\infty} q_i(t) V_i(x)$$

où les amplitudes des fonctions $q_i(t)$ sont d'autant plus importantes que la fréquence du mode de flexion i est voisine de 20000 Hz. Pour déterminer la fonction $v(x, t)$, il suffit de faire une analyse fréquentielle avec un logiciel éléments finis. Pour cela, les modes de flexion sont excités en appliquant un déplacement radial arbitraire de 1 μ m en tête d'éprouvette à une fréquence de 20000 Hz environ. Connaissant l'allure de $v(x, t)$, on peut identifier les abscisses de ses extrémums locaux pour y faire des mesures avec l'interféromètre LASER (voir ci-après).

Modes de vibration des éprouvettes plates en cuivre Sonotrode utilisée : basse amplification $f_S = 19900$ Hz	
Fréquence (en Hz)	Sollicitation
1463	Flexion d'ordre 1 / \vec{y}
2670	Flexion d'ordre 1 / \vec{z}
3547	Torsion d'ordre 1 / \vec{x}
4811	Flexion d'ordre 2 / \vec{y}
10956	Flexion d'ordre 3 / \vec{y}
13252	Flexion d'ordre 2 / \vec{z}
17857	Flexion d'ordre 4 / \vec{y}
18956	Traction d'ordre 1 / \vec{x}
19453	Torsion d'ordre 2 / \vec{x}
26480	Torsion d'ordre 3 / \vec{x}
26893	Flexion d'ordre 5 / \vec{y}
35912	Flexion d'ordre 3 / \vec{z}
37257	Flexion d'ordre 6 / \vec{y}
39284	Torsion d'ordre 4 / \vec{x}

Tableau 2.5 – Modes propres des éprouvettes de fatigue ultrasonique plates en cuivre.

Modes de vibration des éprouvettes cylindriques en cuivre Sonotrode utilisée : basse amplification $f_S = 19900$ Hz	
Fréquence (en Hz)	Sollicitation
3570	Flexion d'ordre 1 / \vec{y}
	Flexion d'ordre 1 / \vec{z}
4958	Torsion d'ordre 1 / \vec{x}
15475	Flexion d'ordre 2 / \vec{y}
	Flexion d'ordre 2 / \vec{z}
20642	Traction d'ordre 1 / \vec{x}
45909	Flexion d'ordre 3 / \vec{y}
	Flexion d'ordre 3 / \vec{z}

Tableau 2.6 – Modes propres des éprouvettes de fatigue ultrasonique cylindriques en cuivre.

Validation expérimentale

Contrôle des vibrations longitudinales La première étape de la validation expérimentale consiste à contrôler que l'éprouvette vibre bien en traction-compression. Pour cela on vérifie que les amplitudes de déplacement aux ventres de vibration situés en $x = -\frac{L}{2}$ et $x = \frac{L}{2}$ sont égales. Les mesures de déplacement sont réalisées avec un interféromètre LASER que l'on fait pointer dans un premier temps en bout de sonotrode et dans un second temps sur la face inférieure de l'éprouvette (voir exemple figure 2.14). Les écarts entre les amplitudes de vibration aux extrémités des éprouvettes sont de l'ordre de 4 % ce qui valide en partie le dimensionnement.

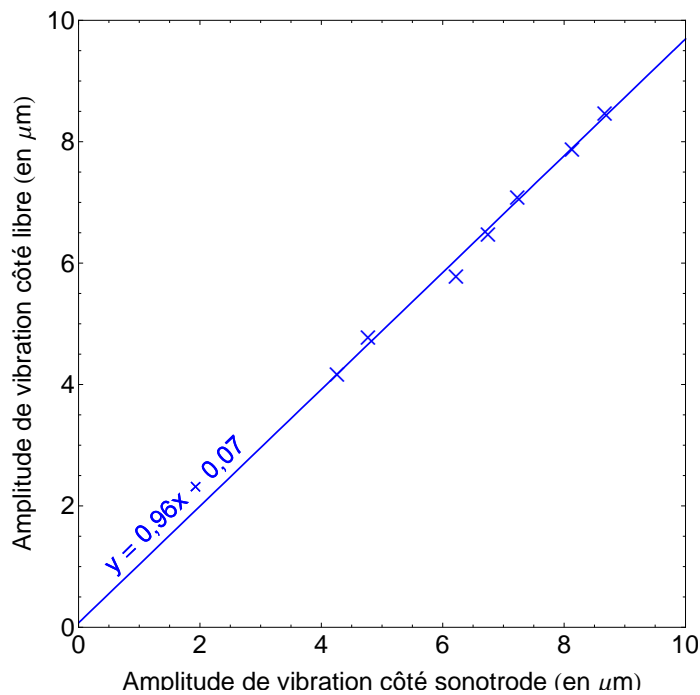


Figure 2.14 – Exemple de contrôle des vibrations longitudinales pour une éprouvette.

Contrôle des vibrations radiales La deuxième étape consiste à estimer les contraintes relatives aux modes de flexion afin de vérifier qu'elles sont négligeables par rapport à celles du chargement de traction-compression. Les zones où les déplacements radiaux dus à la flexion sont maximaux ont été identifiées à partir des résultats de l'analyse fréquentielle. Des mesures de déplacements radiaux ont été faites avec l'interféromètre LASER au niveau de ces zones (voir exemple figure 2.15). On ne détecte pas de déplacements radiaux ; il n'y a donc pas de flexion ce qui permet de valider la géométrie des éprouvettes ultrasoniques en cuivre. De plus, dans le cas des éprouvettes plates, des mesures avec des jauges de déformation ont montré que les contraintes dues

à la flexion sont tout à fait négligeables.

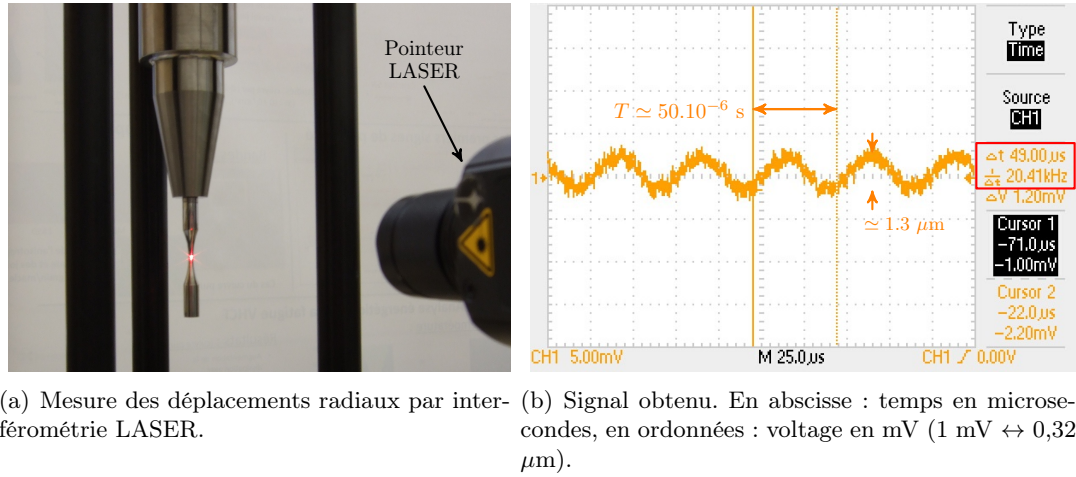


Figure 2.15 – Exemple de mesure de l'amplitude du déplacement radial au centre d'une éprouvette en acier présentant une légère vibration en flexion.

2.3.2 Cas des éprouvettes de fatigue basses fréquences

1. Géométries d'éprouvettes et méthode générale

Comme pour les éprouvettes ultrasoniques, une géométrie plate et une cylindrique seront utilisées pour les essais à basse fréquence. Ces géométries ont les mêmes paramètres que les éprouvettes ultrasoniques (voir figure 2.10) toutefois afin de les différencier ces paramètres seront notés avec des petites lettres. La démarche de dimensionnement des éprouvettes à basse fréquence est fondée sur deux aspects : au niveau des centres des éprouvettes, les dimensions des éprouvettes basse fréquence sont voisines de celles des éprouvettes ultrasoniques afin de solliciter les mêmes volumes et les gradients de contrainte sont identiques.

Pour obtenir des gradients de contrainte identiques il faut jouer sur la valeur de r_0 . La méthode de dimensionnement est détaillée dans le paragraphe suivant [Ranc, 2010] et comme précédemment les calculs ont été fait avec un programme codé sous Mathematica.

2. Dimensionnement

Le profil de l'amplitude de la contrainte le long de l'axe d'une éprouvette de fatigue ultrasonique a été calculé numériquement section 2.3.1. Au centre de l'éprouvette (soit en $x = 0$), ce profil peut-être approximé par une parabole d'équation :

$$\sigma(x) = \sigma_0 + \sigma'_0 x + \frac{1}{2} \sigma''_0 x^2 \quad (2.10)$$

L'amplitude de la contrainte est maximale au centre des éprouvettes ce qui entraîne $\sigma'_0 = 0$. De plus, nous avons vu que l'amplitude de contrainte est directement proportionnelle à l'amplitude du déplacement imposé u_S à l'extrémité de l'éprouvette. Cela permet d'écrire $\sigma_0 = \lambda u_S$ et $\sigma''_0 = \kappa u_S$ où λ et κ sont des constantes déterminées numériquement (elles sont mentionnées dans le tableau 2.4). En conséquence, l'équation (2.10) se simplifie en :

$$\sigma(x) = \left(\lambda + \frac{\kappa}{2} x^2 \right) u_S \quad (2.11)$$

Calculons maintenant l'équation du profil de l'amplitude de contrainte dans une éprouvette basse fréquence. Dans leur partie centrale ces dernières ont un profil circulaire, leur rayon r vaut donc :

$$r(x) = r_1 + r_0 - \sqrt{r_0^2 - x^2}$$

Les contraintes sont définies comme le rapport de la force F appliquée aux éprouvettes et de leur section, ce qui donne $\sigma(x) = \frac{F}{2er(x)}$ dans le cas des éprouvettes plates et $\sigma(x) = \frac{F}{\pi r(x)^2}$ dans le cas des éprouvettes cylindriques. Un développement limité à l'ordre 2 au centre des éprouvettes permet d'écrire :

$$\begin{aligned} \sigma(x) &= \frac{F}{2er_1} \left(1 - \frac{x^2}{2r_0r_1} \right) \text{ pour les éprouvettes plates} \\ \sigma(x) &= \frac{F}{\pi r_1^2} \left(1 - \frac{x^2}{r_0r_1} \right) \text{ pour les éprouvettes cylindriques} \end{aligned} \quad (2.12)$$

En identifiant les équations (2.11) et (2.12) on obtient les relations suivantes :

$$\begin{aligned} r_0 &= \frac{-\lambda}{\kappa r_1} \text{ pour les éprouvettes plates} \\ r_0 &= \frac{-2\lambda}{\kappa r_1} \text{ pour les éprouvettes cylindriques} \end{aligned} \quad (2.13)$$

L'équivalence des gradients de contrainte est garantie quelle que soit la contrainte puisque celle-ci est proportionnelle au déplacement u_S pour les éprouvettes ultrasoniques et à la force F pour les éprouvettes basse fréquence.

Comme pour les éprouvettes ultrasoniques, une vérification au flambement doit être faite ; pour le calcul on considère un cylindre bi-encasté de rayon R_1 et de longueur $L_1 + 2L_2$ (la longueur restante étant prise dans les mors).

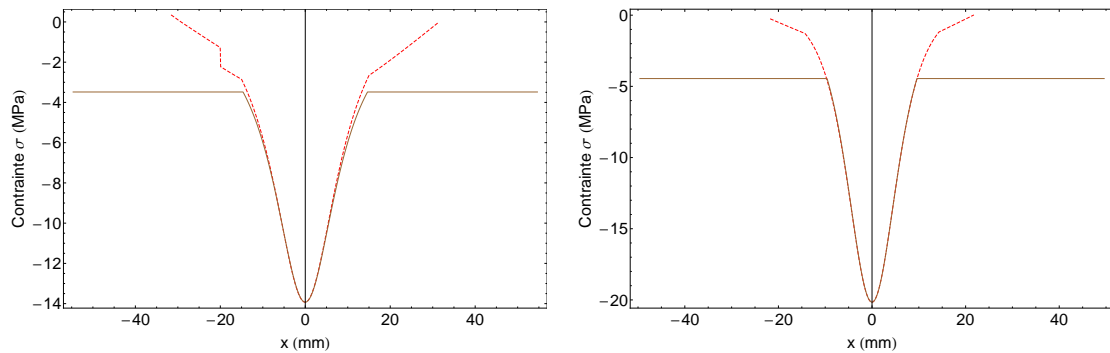
3. Dimensions et caractéristiques des éprouvettes basses fréquences

Les dimensions des éprouvettes basses fréquences ont été fixées de la façon suivante : r_1 est choisi voisin de R_1 , r_2 est fonction de l'épaisseur des tôles dans lesquelles sont prélevées les éprouvettes et l_1 dépend des mors des machines basse fréquence. Les autres dimensions sont fixées avec les équations (2.13).

Matériau	Cuivre	
Géométrie	Plate	Cylindrique
r_0 (en mm)	26,1	16,1
r_1 (en mm)	1,5	2,82
r_2 (en mm)	6	6
l_1 (en mm)	40	40
l_2 (en mm)	14,65	9,6
e (en mm)	2	-
σ_f (en MPa)	340	694
K_t	1,04	1,04

Tableau 2.7 – Dimensions et caractéristiques des éprouvettes de fatigue basse fréquence.

Les dimensions et les caractéristiques des éprouvettes basses fréquences en cuivre figurent dans le tableau 2.7. De plus, les profils de l'amplitude de contrainte pour chaque éprouvette sont tracés figure 2.16.



(a) Comparaison des profils de l'amplitude de la contrainte pour les éprouvettes plates en cuivre. En pointillés : éprouvette ultrasonique (calculé avec $u_S = 1 \mu\text{m}$), en trait continu : éprouvette basse fréquence (chargée par une force $F = -84 \text{ N}$).

(b) Comparaison des profils de l'amplitude de la contrainte pour les éprouvettes cylindriques en cuivre. En pointillés : éprouvette ultrasonique (calculé avec $u_S = 1 \mu\text{m}$), en trait continu : éprouvette basse fréquence (chargée par une force $F = -501 \text{ N}$).

Figure 2.16 – Comparaison des profils de l'amplitude de la contrainte pour les éprouvettes de fatigue ultrasonique et basse fréquence.

4. Sollicitations parasites dans les éprouvettes basses fréquences

Comme pour les essais de fatigue ultrasonique, les deux sollicitations parasites sont la flexion et la torsion. Celles-ci sont principalement induites par un léger désalignement des mors de la machine de fatigue. Il est important d'estimer les contraintes engendrées par ces sollicitations afin de valider la géométrie des éprouvettes et d'interpréter plus aisément les observations expérimentales.

Du fait que les éprouvettes cylindriques en cuivre soient massives, les contraintes parasites sont supposées négligeables et n'ont pas été quantifiées. En revanche, ce travail a été fait dans le cas des éprouvettes plates en cuivre pour lesquelles on s'attend à des contraintes parasites plus importantes.

Les contraintes de flexion ont été calculées à partir de mesures de déformations obtenues avec une éprouvette instrumentée par deux jauges (une jauge est collée de chaque côté de l'éprouvette). Les contraintes de torsion ont été calculées à partir des acquisitions du moment de torsion M_t lors des campagnes d'essais. Celui-ci est donné directement par la cellule de charge de la machine. Pour une section rectangulaire de dimensions $h \times b$ avec $h > b$, les contraintes de torsion sont maximales au centre des faces de côté h et valent [Massonnet, 1968] :

$$\tau_{\max} = \frac{M_t}{\alpha h b^2}$$

où α est un coefficient dépendant du rapport $\frac{h}{b}$ (ici $\alpha = 0,231$).

Il en résulte que les contraintes de flexion et de torsion sont bien inférieures aux contraintes σ dues au chargement de traction-compression, ces dernières étant comprises entre 45 et 105 MPa (voir tableau 2.8). Pour autant, ces contraintes parasites ne sont pas faibles malgré les très faibles valeurs des moments fléchissants et de torsion mis en jeu. En confrontant les résultats d'essais sur des éprouvettes plates et cylindriques (voir chapitre 4), nous verrons que les effets de ces sollicitations parasites sont limités.

	Contraintes statiques	Contraintes dynamiques
Flexion	± 15 MPa ($M_f = 0,03$ Nm)	≤ 2 MPa
Torsion	$\tau_{\max} \leq 9$ MPa ($M_t \leq 0,02$ Nm)	$\tau_{\max}(t) = 0,18\sigma(t)$ ($M_t(t) = 4.10^{-4}\sigma(t)$ avec M_t en Nm et σ en MPa)

Tableau 2.8 – Contraintes parasites dans les éprouvettes plates en cuivre. Le moment fléchissant M_f est donné à titre indicatif, il a été calculé avec la formule de théorie des poutres $\sigma_{\text{flexion}} = \frac{-M_f b}{2I}$.

2.4 Techniques d'observations et d'analyses

2.4.1 Le microscope électronique à balayage – MEB

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un outil d'observation de la topographie des surfaces dont le principe de fonctionnement est fondé sur l'interaction électron-matière. L'échantillon à analyser est placé dans la chambre du MEB, sous un vide secondaire (inférieur à 10^{-4} Pa) et la surface à observer est balayée par un faisceau incident d'électrons. En réponse, une partie de ces électrons sont réémis par la surface et analysés par différents détecteurs ce qui permet de reconstituer une image (voir figure 2.17). Le MEB présente deux principaux avantages par rapport au microscope optique. Il permet d'atteindre des grossissements de 40000 et ainsi d'observer des détails d'une dizaine de nanomètres, contre $1\text{ }\mu\text{m}$ pour un microscope optique. De plus, en choisissant le détecteur approprié, il est possible de mettre en évidence le relief de surface, mais pas de le mesurer (voir figure 2.18).

Dans ce travail de thèse cet outil est utilisé pour observer les modifications de surface résultantes de l'endommagement en fatigue. On s'intéresse plus particulièrement aux bandes de glissement et à la caractérisation de leurs morphologies, tailles, épaisseurs... Ces observations ont été faites avec un MEB FEG HITACHI 4800, en électrons secondaires, sous une tension d'accélération de l'ordre de 10 kV.

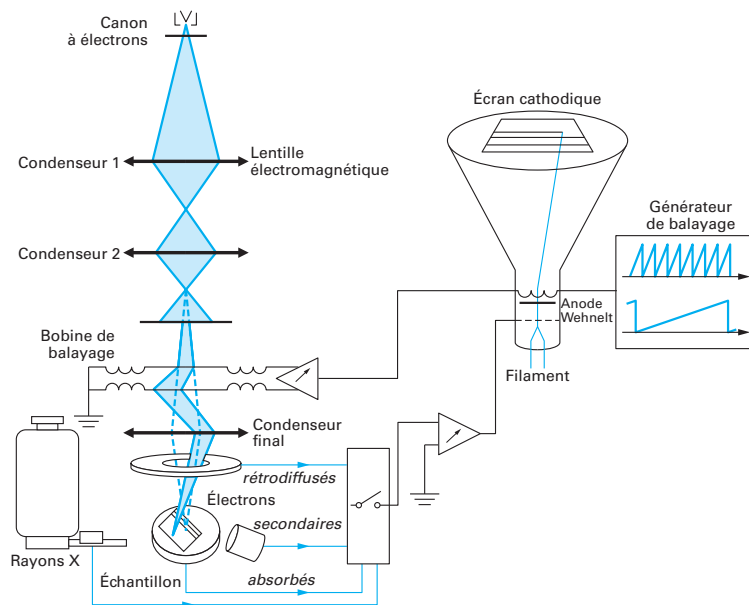


Figure 2.17 – Schéma de principe d'un MEB [Paqueton & Ruste, 2006].

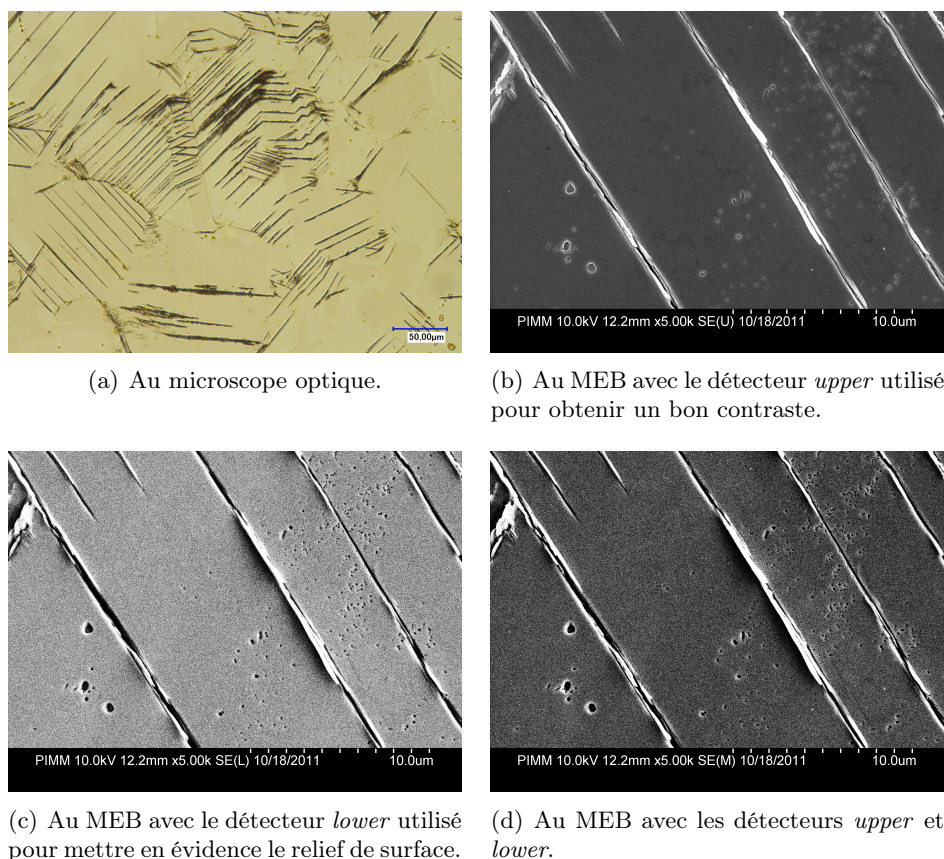


Figure 2.18 – Observations au microscope optique et au MEB de bandes de glissement sur des éprouvettes en cuivre après essai de fatigue.

2.4.2 La diffraction des électrons rétro-diffusés – EBSD

1. Principe

La diffraction des électrons rétro-diffusés (aussi appelée EBSD pour *Electron BackScatter Diffraction*) est une des techniques utilisée pour mesurer des orientations cristallographiques locales au sein d'une microstructure. Elle permet plus précisément d'obtenir des cartographies d'orientations cristallographiques et ainsi de reconstruire la microstructure d'un matériau. L'EBSD est devenue une technique très répandue en raison de la multitude de données accessibles à partir de ces cartographies : texture cristallographique, distribution des joints de grains, gradients d'orientations intragranulaires, etc. De plus, dans ce travail de thèse, cet outil est complémentaire au MEB pour corréliser les sites d'endommagement en fatigue et les données microstructurales.

L'EBSD est fondée sur l'interaction électron-matière et est mise en oeuvre dans un MEB équipé d'un détecteur EBSD spécifique (constitué d'un écran phosphorescent et d'une caméra CCD). Ce dernier collecte les électrons rétro-diffusés émis par la zone

analysée sous l'effet d'un faisceau incident d'électrons. Contrairement aux électrons secondaires principalement utilisés en imagerie par MEB, les électrons rétro-diffusés sont émis sur une plus grande profondeur. En conséquence, les électrons rétro-diffusés sont diffractés par le réseau cristallin du matériau analysé (en vertu de la dualité onde-corpuscule) ce qui crée des lignes de KIKUCHI sur le détecteur. Les intersections des lignes et leurs orientations relatives sont caractéristiques de l'orientation cristallographique locale qui peut-être déterminée par un algorithme de calcul (voir figure 2.19).

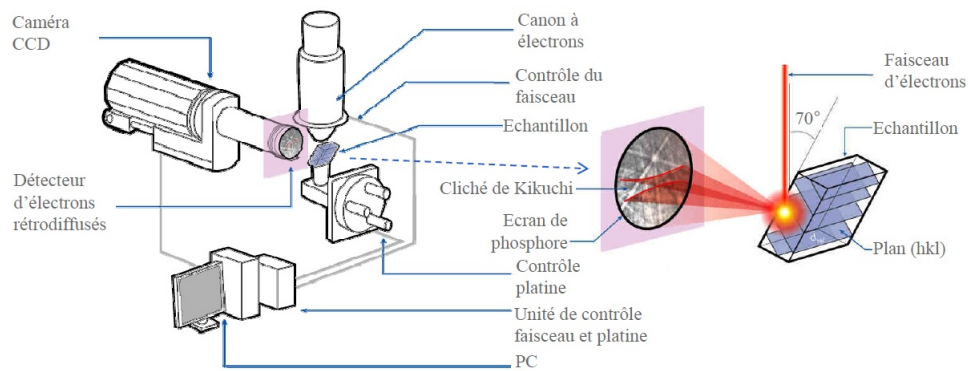


Figure 2.19 – Principe et dispositif expérimental de l'EBSD [Barbier, 2010].

Les mesures d'orientations sont faites en des points de mesure répartis suivant une grille hexagonale. L'intérêt d'une telle grille réside dans le fait que tous les points sont équidistants les uns des autres, cette distance correspondant au pas de la cartographie. Ainsi, chaque point de mesure a 6 voisins et chaque pixel a une forme hexagonale centrée sur ce point (voir figure 2.20). En chaque point de mesure la zone de matériau analysée correspond à la zone d'émission des électrons rétrodiffusés. Elle a un volume inférieur à $1 \mu\text{m}^3$ et une profondeur d'environ 500 nm (voir figure 2.21). Il faut donc souligner que les informations fournies par l'EBSD ne concernent que la couche superficielle du matériau. Pour juger de la qualité d'un cliché de KIKUCHI l'un des coefficients utilisé est l'indice de qualité (IQ). Celui-ci est faible au niveau des joints de grains et des zones très déformées (dans le premier cas la zone d'émission est à cheval sur plusieurs grains et dans le second le réseau cristallin est distordu). Les cartographies d'indice de qualité seront donc exploitées pour visualiser la microstructure et les manifestations de la microplasticité. Dans ce travail de thèse les cartographies ont été réalisées sur un MEB Cambridge S360 pour lequel la précision sur la mesure d'une orientation absolue est de $\pm 1^\circ$ et de $\pm 0,1^\circ$ pour une désorientation. Les paramètres utilisés pour les cartographies sont mentionnés dans le tableau 2.9. Toutes les cartographies ont été traitées avec le logiciel OIM (*Orientation Imaging Microscopy*). Les observations au MEB et les cartographies EBSD ont été faites dans des zones de $1,5 \text{ mm} \times 1,5 \text{ mm}$ situées au centre des éprouvettes et sur lesquelles l'amplitude de contrainte peut être supposée uniforme (voir figure 2.22).

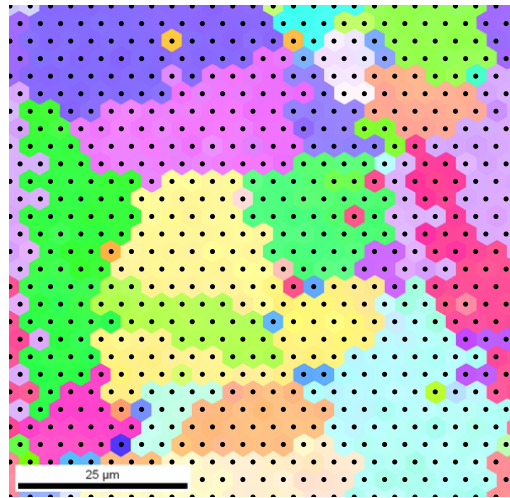


Figure 2.20 – Superposition d’une cartographie d’orientations et des positions des points de mesure des orientations montrant la répartition des points de mesure suivant une grille hexagonale (pas : 3 μm).

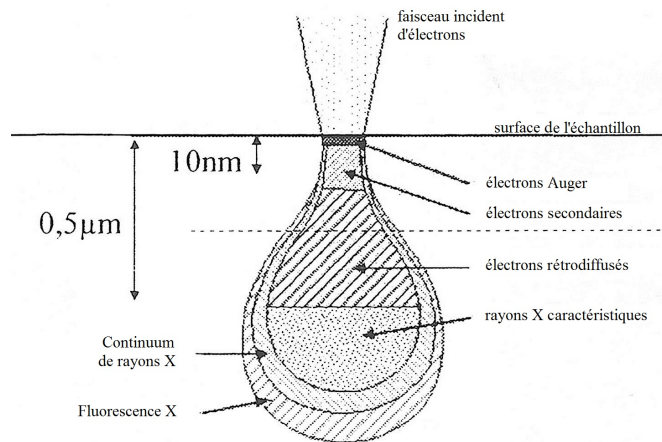


Figure 2.21 – Zone d’émission des électrons [Valès, 2010].

Matériau	Cuivre
Tension d’accélération (en kV)	20
Courant de sonde (en nA)	3,5
Distance de travail WD (en mm)	15

Tableau 2.9 – Paramètres utilisés pour les cartographies EBSD sur du cuivre. La taille de spot sur le MEB utilisé est de 30 nm.

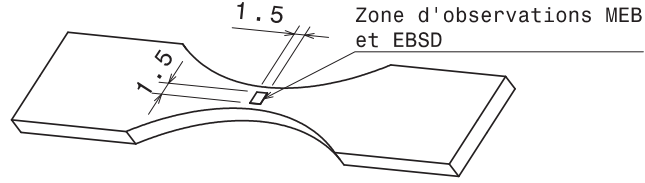


Figure 2.22 – Zone d'étude pour les observations au MEB et les cartographies EBSD (dimensions en mm).

2. Définition d'une orientation cristalline et d'une désorientation

Une orientation cristalline désigne l'orientation de la maille d'un cristal par rapport au repère échantillon $R_E = (\vec{x}_E, \vec{y}_E, \vec{z}_E)$ constitué à partir de la direction de laminage DL, de la direction transverse DT et de la direction normale DN. Plusieurs méthodes existent pour définir l'orientation d'un cristal. La plus utilisée est celle de BUNGE qui définit l'orientation d'un cristal A de repère $R_A = (\vec{x}_A, \vec{y}_A, \vec{z}_A)$ par la rotation nécessaire pour mettre en coïncidence R_E avec R_A . Cette rotation est paramétrée par les 3 angles d'EULER : $\varphi_1 \in [0; 2\pi]$, $\phi \in [0; \pi]$, $\varphi_2 \in [0; 2\pi]$ qui sont identifiés à l'issue d'une cartographie EBSD. Chaque angle d'EULER correspond à une rotation (voir figure 2.23) :

- une première rotation de φ_1 autour de \vec{z}_E transforme R_E en $R_1 = (\vec{x}_1, \vec{y}_1, \vec{z}_1)$,
- une seconde rotation de ϕ autour de \vec{x}_1 transforme R_1 en $R_2 = (\vec{x}_2, \vec{y}_2, \vec{z}_2)$,
- une dernière rotation de φ_2 autour de \vec{z}_2 transforme R_2 en $R_A = (\vec{x}_A, \vec{y}_A, \vec{z}_A)$.

Il faut préciser qu'en raison des symétries cristallines plusieurs rotations (donc plusieurs valeurs d'angles d'EULER) sont possibles pour décrire une orientation cristalline. Ces symétries se traduisent par des rotations qui laissent la structure cristallographique d'un cristal invariante. Dans le cas des cristaux cubiques il y a 24 opérations de symétrie donc 24 rotations possibles et équivalentes pour décrire l'orientation d'un cristal (voir annexe B).

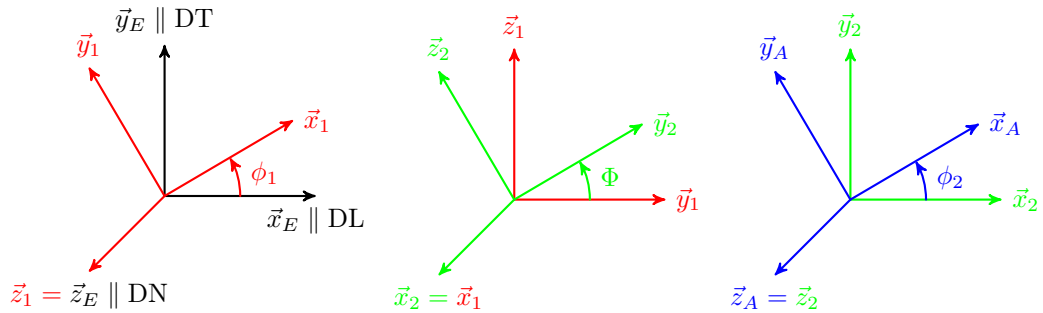
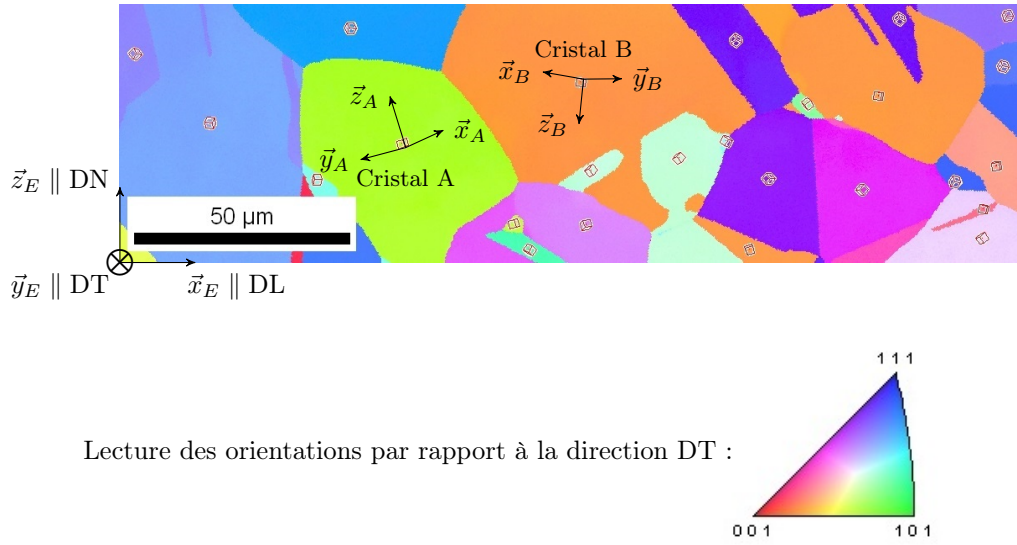


Figure 2.23 – Angles d'EULER.

Les orientations des cristaux sont généralement représentées sur des cartographies d'orientations ; celles-ci représentent l'orientation d'une des trois directions du repère échantillon (ou du plan normal à cette direction) dans le repère de chaque grain. Il faut préciser que ces cartographies prennent en compte les symétries cristallines. La figure 2.24 donne un exemple de cartographie d'orientations. Celle-ci a été réalisée sur un échantillon en cuivre pour le plan d'observation (DL,DN) et elle représente l'orientation de la direction DT dans le repère de chaque grain¹. Les orientations sont lues avec le triangle standard. Les cartographies d'orientations sont utilisées pour visualiser la microstructure.



Lecture des orientations par rapport à la direction DT :

Figure 2.24 – Cartographie d'orientations obtenue par EBSD pour le plan d'observation (DL,DN) (pas : 0,5 μm). La maille de chaque cristal a été ajoutée et est représentée par un cube rouge. À titre d'exemple le cristal A apparaît en vert c'est donc un plan proche d'un des plans $\{101\}$ qui est perpendiculaire à DT.

La désorientation entre deux cristaux A et B est par définition la différence d'orientation entre ces cristaux. Elle est décrite par la rotation nécessaire pour faire coïncider le réseau du cristal A avec celui du cristal B. Comme pour les orientations, cette rotation peut être définie par les angles d'EULER mais c'est la définition par un couple $([u, v, w], \theta)$ qui est plus communément utilisée [Kocks et al., 2000] avec :

- $[u, v, w]$ l'axe de la rotation, il s'agit d'une direction cristallographique commune aux deux cristaux.
- θ l'angle de la rotation ou angle de désorientation.

En raison des symétries de chaque cristal, il y a 576 ($= 24 \times 24$) rotations possibles. Pour qu'une désorientation soit décrite de manière unique, c'est la rotation qui donne le plus petit angle qui est choisie. Cet angle est supérieur à 0° et dans le cas des cristaux

1. C'est la direction DT qui a été choisie dans le cadre de cet exemple mais ce choix est libre et ne dépend pas du plan d'observation.

cubiques sa valeur maximale est de $62,8^\circ$ [Mackenzie & Thomson, 1957]. Le calcul d'un angle de désorientation est détaillé dans l'annexe B.

3. Construction des grains et joints de grains

Les grains sont formés par un algorithme qui regroupe les pixels voisins dont la désorientation est inférieure à une certaine valeur appelée angle de tolérance et fixée par l'utilisateur. En pratique l'algorithme de calcul peut ajuster localement la valeur de cet angle de quelques degrés pour que le contour du grain soit fermé. Les joints de grains quant à eux sont définis par les contours des grains. Cette méthode de détermination des grains a une conséquence notable : la désorientation entre deux pixels voisins est inférieure à l'angle de tolérance, par contre des désorientations bien plus importantes peuvent être observées au sein d'un même grain entre deux pixels suffisamment distants. Dans le but d'éviter que certains points mal indexés soient considérés comme des grains, le nombre minimum de pixels nécessaires pour constituer un grain est également fixé par l'utilisateur.

La définition d'un grain dans l'environnement OIM dépend donc des paramètres choisis par l'utilisateur. Pour toutes les cartographies la valeur de l'angle de tolérance a été fixée à 5° et le nombre minimum de pixels à 2 (valeurs par défaut).

4. Calculs de désorientations – *Kernel Average Misorientation*

La méthode de calcul d'une désorientation (présentée au point 2.) peut-être appliquée pour calculer aussi bien des désorientations intergranulaires que intragranulaires entre des points de mesure situés au sein d'un même grain. Ces désorientations intra-granulaires peuvent être engendrées par la présence d'une grande quantité de dislocations ; les dislocations coin génèrent une courbure du réseau cristallin et les dislocations vis une torsion de réseau (voir figure 2.25). De tels calculs donnent donc des informations locales sur la microplasticité. Pour cela, le logiciel dispose du module spécifique *Kernel Average Misorientation* (KAM). Une valeur de désorientation locale est calculée en chaque point de mesure (ou pixel) à partir de la moyenne des désorientations entre ce point de mesure et ses voisins. Plusieurs options sont proposées :

- une ou plusieurs séries de voisins peuvent être prises en compte dans le calcul,
- les points voisins ayant une désorientation supérieure à un certain seuil θ_S fixé par l'utilisateur ne sont pas pris en compte.

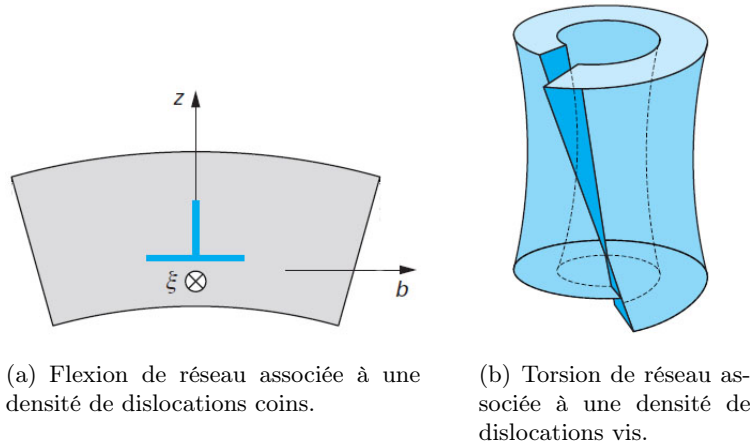


Figure 2.25 – Distorsions du réseau cristallin dues à la présence de dislocations [Fivel & Forest, 2004].

À titre d'exemple, la désorientation au pixel n°1 (voir figure 2.26) est calculée dans le tableau 2.10 pour la première série de voisins.

1 ^{er} exemple : $\theta_{12}, \theta_{13}, \theta_{14}, \theta_{15}, \theta_{16}, \theta_{17} < \theta_S$	2 ^{ème} exemple : $\theta_{12}, \theta_{13}, \theta_{16}, \theta_{17} < \theta_S < \theta_{14}, \theta_{15}$
$\theta_1 = \frac{\theta_{12} + \theta_{13} + \theta_{14} + \theta_{15} + \theta_{16} + \theta_{17}}{6}$	$\theta_1 = \frac{\theta_{12} + \theta_{13} + \theta_{16} + \theta_{17}}{4}$

Tableau 2.10 – Exemples de calculs de désorientation en un point de mesure.

Afin d'avoir des données relatives aux désorientations locales et intragranulaires, nous avons travaillé sauf spécification contraire avec les premiers voisins et fixé le seuil de désorientation à $\theta_S = 5^\circ$ car c'est cette valeur qui sert à définir un joint de grain. Il faut noter que les résultats des calculs avec la méthode KAM sont susceptibles de dépendre du pas de la cartographie. Cet aspect est abordé dans le point suivant.

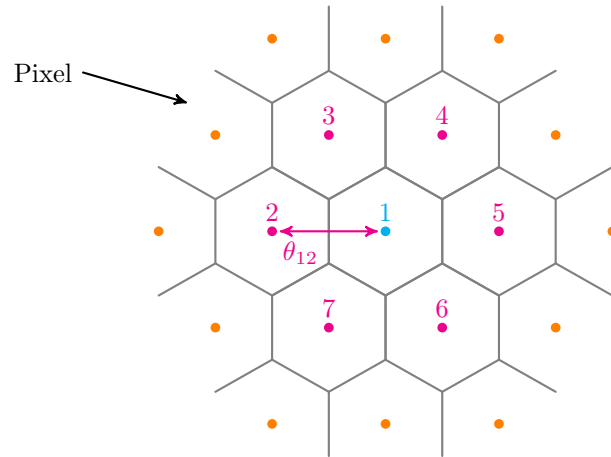


Figure 2.26 – Calcul de la désorientation entre un point de mesure et ses voisins. La première série de voisins est représentée en rose et la seconde série en orange.

5. Influence du pas de cartographie

Si l'on souhaite avoir une bonne estimation des désorientations intra-granulaires il est nécessaire de bien fixer le pas de cartographie. En effet :

- si le pas est trop grand, les points de mesure des orientations sont distants et l'information n'est pas assez locale,
- si le pas est trop petit, les points de mesure des orientations sont très rapprochés et sous la surface du matériau les zones analysées se recouvrent et ne sont donc pas indépendantes.

Idéalement le pas doit être égal à la largeur de la zone d'émission (voir figure 2.27). Celle-ci a une forme elliptique (car l'échantillon est incliné de 70° par rapport au faisceau pour augmenter le signal reçu par le détecteur), un grand axe de $1 \mu\text{m}$, un petit axe de $0,3 \mu\text{m}$ et une profondeur sous la surface de 500 nm (au premier ordre ces dimensions sont indépendantes des réglages).

Pour rendre compte de l'influence du pas, une zone d'environ $75 \mu\text{m} \times 75 \mu\text{m}$ située sur une éprouvette sollicitée a été cartographiée avec différents pas (voir tableau 2.11 et figure 2.28). Les cartographies des désorientations intra-granulaires révèlent que les pas supérieurs à $1 \mu\text{m}$ ne permettent pas de visualiser la microstructure avec précision. De plus, les faibles désorientations mesurées pour un pas de $0,1 \mu\text{m}$ suggèrent un recouvrement des zones d'émission. En conséquence, le pas a été fixé à $0,6 \mu\text{m}$ pour toutes les cartographies traitées avec la méthode KAM.

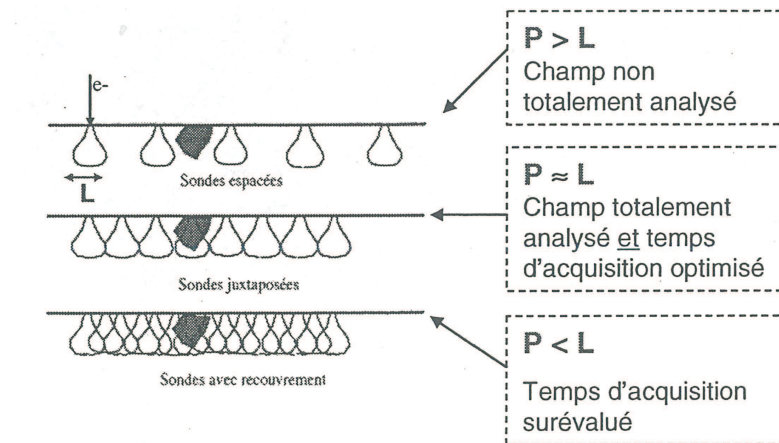


Figure 2.27 – Schématisation du balayage effectué sur un échantillon dans le cas de différents pas de cartographie [Malchère & Gendarme, 2006]. P désigne le pas de cartographie et L la taille de la zone d'émission.

Pas de scan (en μm)	0,1	0,2	0,3	0,6	1,0	1,3	1,5	2,0	3,0
Durée approximative	4 h	1 h	$\frac{1}{2}$ h	10 min	3 min	2 min	60 s	40 s	20 s

Tableau 2.11 – Pas utilisés pour cartographier la zone analysée.

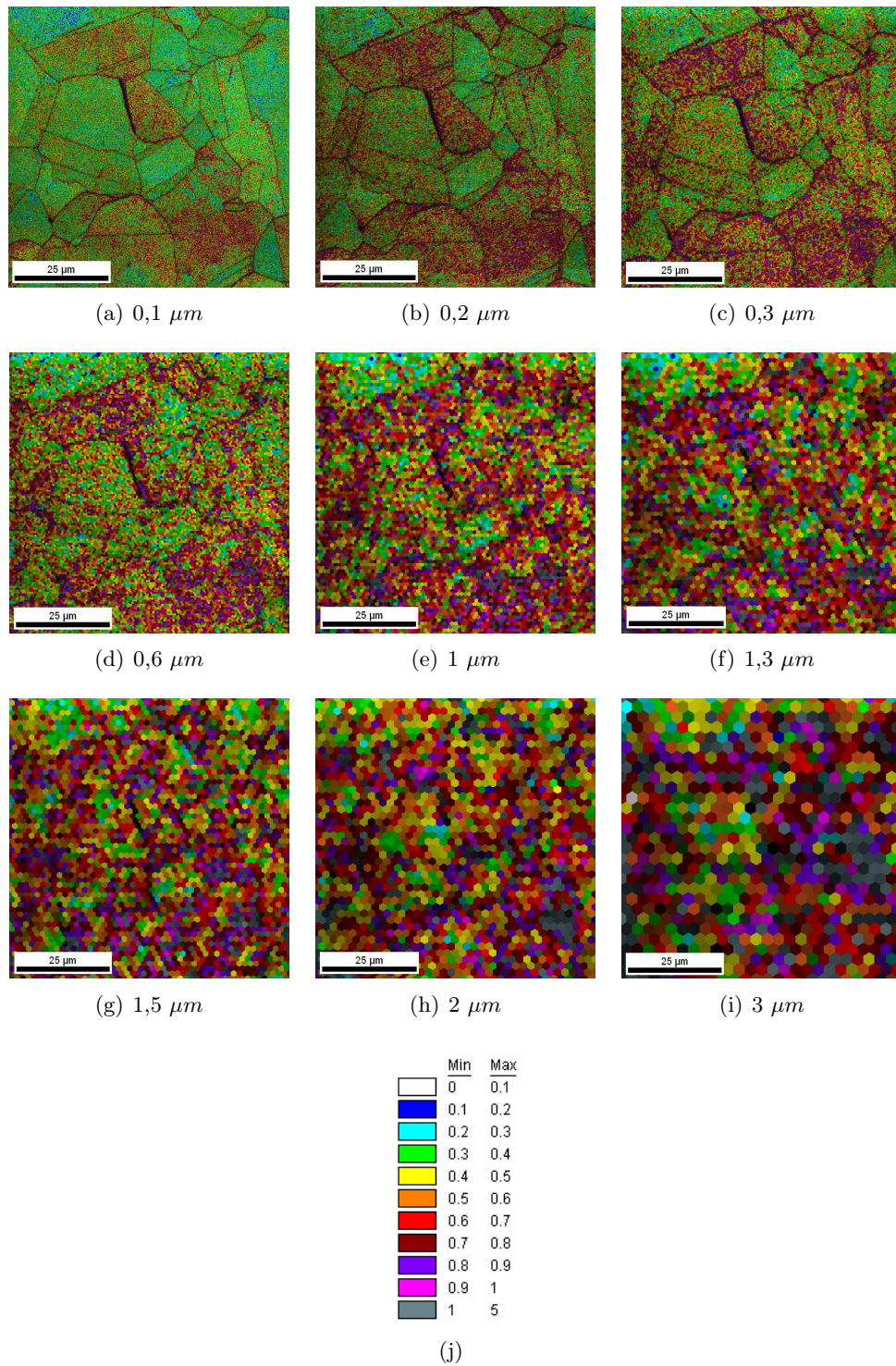


Figure 2.28 – Cartographies des désorientations intra-granulaires (superposées à celles des indices de qualité) obtenues pour différents pas (angles en $^{\circ}$).

2.4.3 Calcul d'un indicateur de la quantité de bandes de glissement en surface

Dans le but de faire des comparaisons entre les résultats d'essais à haute et basses fréquences il est nécessaire d'avoir des informations quantitatives sur la microplasticité en surface. Pour cela, nous proposons de calculer un indicateur de la quantité de bandes de glissement. Nous avons choisi comme indicateur la fraction de surface recouverte par des bandes de glissement. Sa méthode de calcul est présentée ci-après.

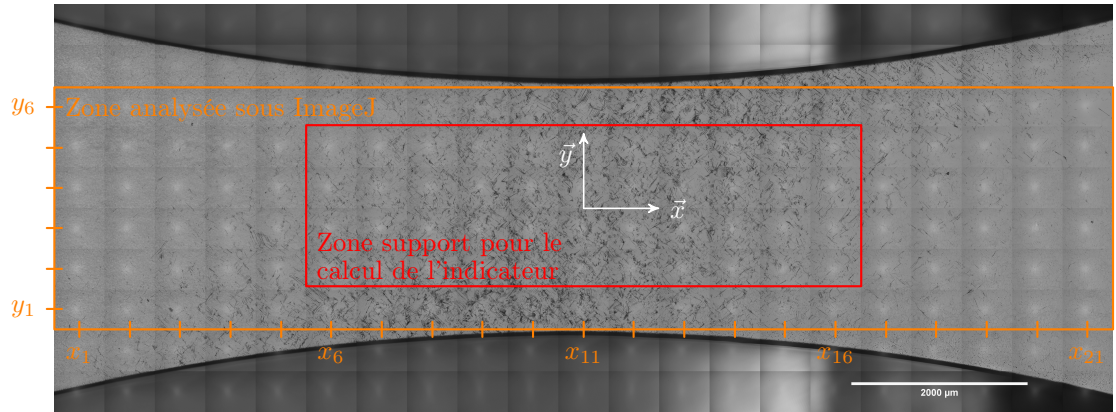
Dans un premier temps, un panorama optique de la surface d'une éprouvette après sollicitation est réalisé avec un microduromètre. Les bandes de glissement sont facilement reconnaissables et apparaissent en noir sur un fond gris. Ce panorama permet d'apprécier la quantité de bandes et de visualiser leur répartition. Il est constitué de 210 images et couvre une large zone au centre de l'éprouvette d'environ 10 mm de long et 5 mm de large. Dans un second temps, la partie centrale du panorama (soit 21×6 images) est importée sous le logiciel ImageJ et est binarisée; les bandes de glissement apparaissent alors en noir sur un fond blanc. Pour finir, la fraction surfacique de pixels noirs est calculée pour chacune des images à l'aide d'un programme codé sous Matlab et mis en place dans le cadre du stage de master de Thomas HENDRICKS (voir l'annexe E pour plus de précisions). Une image située à la $i^{\text{ème}}$ ligne et à la $j^{\text{ème}}$ colonne est repérée par les coordonnées de son centre (x_j, y_i) avec $i \in \{1, \dots, 6\}$ et $j \in \{1, \dots, 21\}$ et est associée à une fraction de surface recouverte par des bandes $f_s(x_j, y_i)$.

La quantité de bandes de glissement au centre des éprouvettes est décrite par la valeur moyenne de la fraction de surface recouverte par des bandes pour une zone de 12 mm^2 située au centre des éprouvettes (voir figure 2.29). Celle-ci se calcule de la façon suivante :

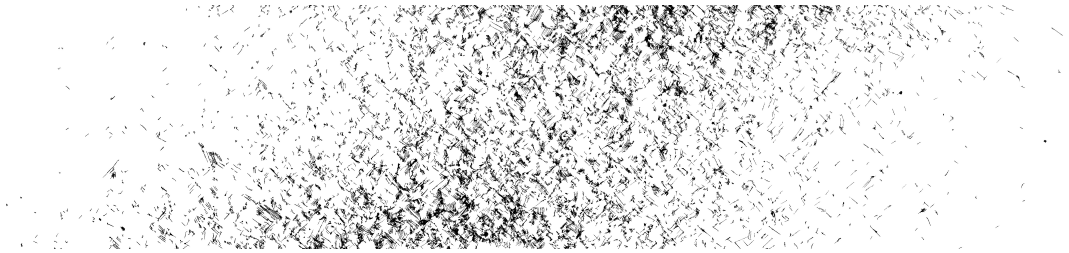
$$f_{s,c} = \frac{1}{44} \sum_{\substack{6 \leq j \leq 16 \\ 2 \leq i \leq 5}} f_s(x_j, y_i)$$

Cet outil donne également accès à la fraction de surface recouverte par des bandes le long l'axe longitudinal (porté par \vec{x}) et transversal (porté par \vec{y}). La fraction de surface recouverte par des bandes à l'abscisse x_j est égale à la moyenne des fractions de surface recouverte pour les 6 images situées à cette abscisse. La méthode est similaire pour le calcul à la côte y_i en faisant la moyenne pour les 21 images :

$$f_s(x_j) = \frac{1}{6} \sum_{i=1}^6 f_s(x_j, y_i) \quad \text{et} \quad f_s(y_i) = \frac{1}{21} \sum_{j=1}^{21} f_s(x_j, y_i)$$



(a) Zones analysées pour les calculs de fractions de surface recouverte par des bandes de glissement.



(b) Panorama binarisé.

Figure 2.29 – Calcul d'un indicateur de microplasticité par traitement d'image.

2.4.4 Détection des premières bandes de glissement

Pour détecter l'apparition des premières bandes de glissement en vue par exemple de construire une courbe des premières bandes (voir chapitre 1) deux techniques d'observation sont utilisées. Pour les plus hautes amplitudes de contrainte on monte près de la machine de fatigue une lunette Questar à grande focale avec une caméra numérique Pixelfly qui permettent de suivre une zone sans avoir à démonter l'éprouvette (voir figure 2.30). La zone suivie a une taille d'environ 1 mm^2 et est située au centre de l'éprouvette où les contraintes sont maximales et peuvent être supposées uniformes. Pour les plus basses amplitudes de contrainte, la technique précédente est moins efficace car les bandes de glissement sont davantage distantes et peuvent apparaître en dehors de la fenêtre d'observation. Les observations sont donc réalisées au microscope optique, sur une surface plus étendue, ce qui impose de démonter l'éprouvette.

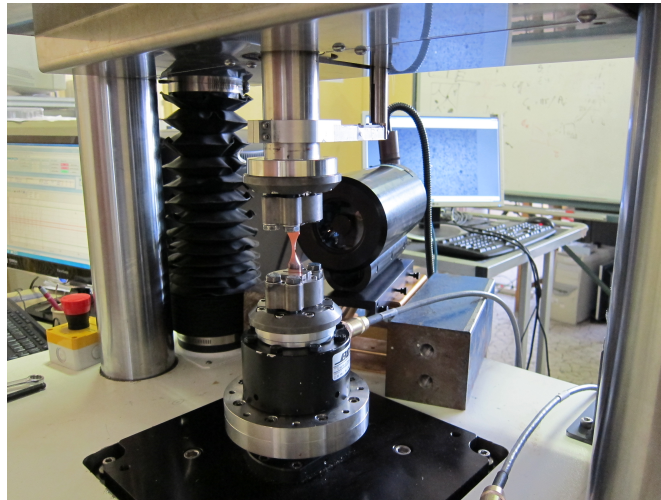


Figure 2.30 – Lunette Questar à grande focale utilisée pour la détection des premières bandes de glissement.

2.5 Principales conclusions du chapitre

Les principales conclusions du chapitre sont les suivantes :

- plusieurs précautions expérimentales ont été prises afin que les résultats des essais à haute et basses fréquences soient comparables :
 - les gradients de contrainte au centre des éprouvettes sollicitées à haute et basses fréquences sont équivalents,
 - les essais à haute fréquence (essais ultrasoniques) ont été refroidis pour réduire l'effet de la température,
 - le chargement mécanique est appliqué de façon continue,
 - la maîtrise des niveaux de contrainte a été assurée par des mesures de déformations,
 - les sollicitations parasites dans les éprouvettes ont été estimées et leurs effets sont supposés limités (nous le verrons au chapitre 4).
- différentes techniques d'observations et d'analyses ont été appliquées ou développées :
 - calcul de la désorientation intragranulaire,
 - calcul d'un indicateur de la quantité de bandes de glissement en surface,
 - détection des premières bandes de glissement.

Les résultats des caractérisations chimique, microstructurale et mécanique du matériau d'étude ainsi que les procédures de préparation des éprouvettes pour les essais de fatigue sont exposés dans le chapitre suivant.

Chapitre 3

Matériau étudié et procédures de préparation

Sommaire

3.1	Introduction	101
3.2	Caractérisation chimique et microstructurale	102
3.3	Comportement mécanique	111
3.3.1	Propriétés en traction quasi-statique	111
3.3.2	Sensibilité à la vitesse de déformation	114
3.4	Préparation des éprouvettes et échantillons	116
3.4.1	Usinage	116
3.4.2	Traitements thermiques	116
3.4.3	Polissage	116
3.4.4	Mesure des contraintes résiduelles	119
3.4.5	Attaque chimique	120
3.5	Principales conclusions du chapitre	121

3.1 Introduction

Le matériau étudié dans cette thèse est un **cuivre polycristallin à haute pureté** (ce choix de matériau a été justifié à la fin du chapitre 1). Il est livré par la société Griset sous forme de plaques d'épaisseur 14 mm obtenues par laminage à chaud. Ce matériau est monphasé et a une structure cristallographique cubique à faces centrées (CFC). L'objet de ce chapitre est de présenter les résultats des caractérisations chimique, microstructurale et mécanique ainsi que les procédures de préparation des éprouvettes pour les essais de fatigue.

3.2 Caractérisation chimique et microstructurale

Il s'agit d'un cuivre commercial sans oxygène (CuOF). La quantité d'éléments d'alliage étant inférieure à 40 ppm la pureté de ce cuivre est estimée à 99,99 %. Les informations relatives à la composition chimique ont été transmises par le fournisseur et figurent dans le tableau 3.1.

Teneur en impuretés (en ppm)								
Pb	Bi	As	Sb	Sn	Zn	Mn	Cr	Co
1,5	0,4	1,7	2	1,5	1	0,5	3,3	0,8
Cd	Fe	Ni	Ag	S	Se	Te	P	O ²
0,8	2	2	10	6	< 1	< 1	< 1	1

Tableau 3.1 – Composition chimique du cuivre étudié.

Afin de relaxer les contraintes résiduelles induites par les étapes d'élaboration et d'usinage, toutes les éprouvettes sont recuites à 250 °C pendant une heure (les paramètres du recuit sont détaillés section 3.4.2).

La première étape de caractérisation microstructurale a consisté à obtenir les informations relatives à la texture morphologique (taille et forme des grains). Celle-ci est susceptible d'influer sur le comportement en fatigue d'un polycristal ; la forme des grains peut être source d'anisotropie et la taille des grains peut modifier le comportement mécanique (loi de HALL-PETCH). Dans un premier temps des micrographies optiques ont été faites pour le cuivre non recuit, puis dans un second temps pour le cuivre recuit. À chaque fois le matériau est observé dans les plans (DL,DT), (DL,DN) et (DT,DN) où DL désigne la direction de laminage, DT la direction transverse et DN la direction normale (voir figure 3.1). Il en résulte que le traitement de recuit n'a pas d'influence notable sur la microstructure ; dans les deux cas le matériau ne présente pas de texture morphologique, les grains sont équiaxes et la taille de grain moyenne a été estimée avec la méthode des intercepts à 30 μm environ (voir figures 3.2 et 3.3).

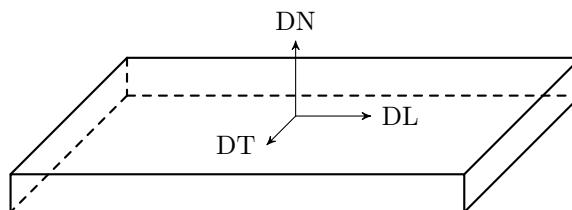
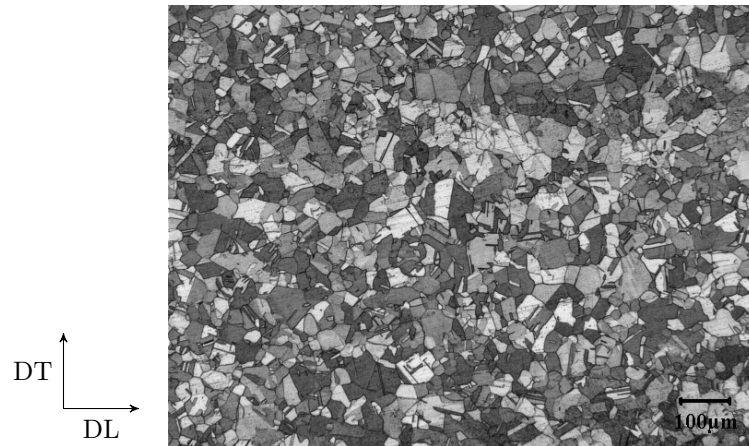
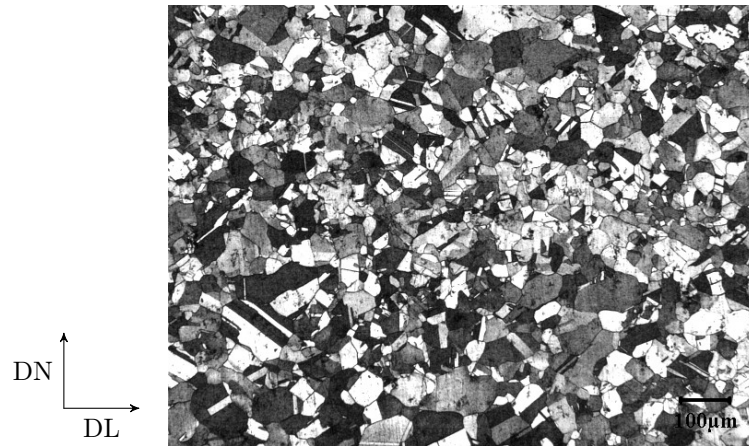


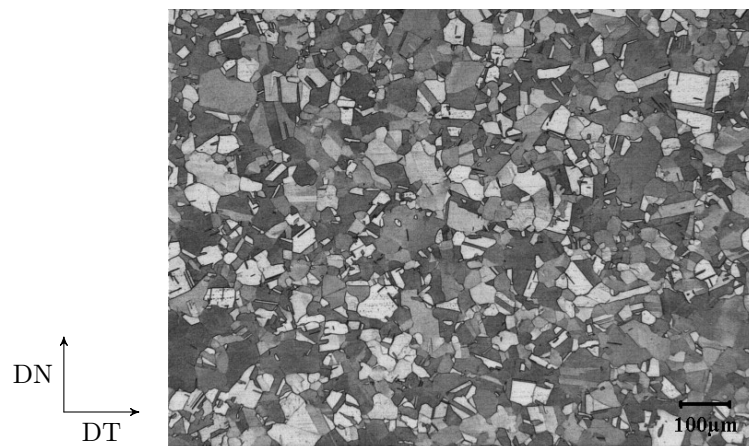
Figure 3.1 – Repérage des directions d'une plaque laminée.



(a) Plan (DL,DT).



(b) Plan (DL,DN).



(c) Plan (DT,DN).

Figure 3.2 – Micrographies pour le cuivre non recuit pour trois plans d’observation (clichés pris au microscope optique).

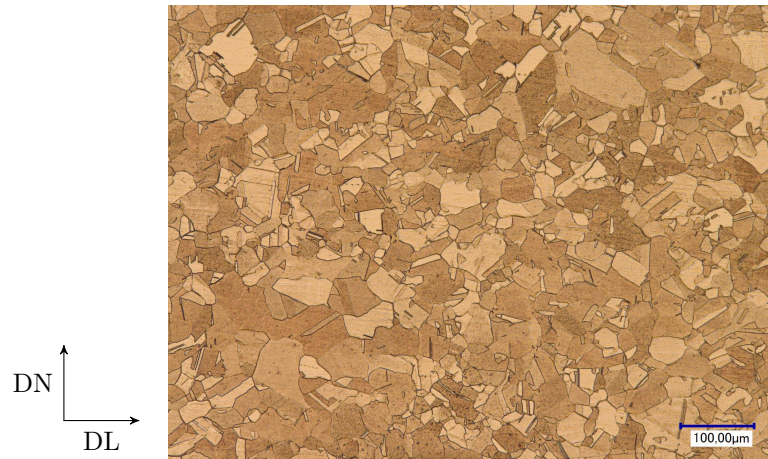


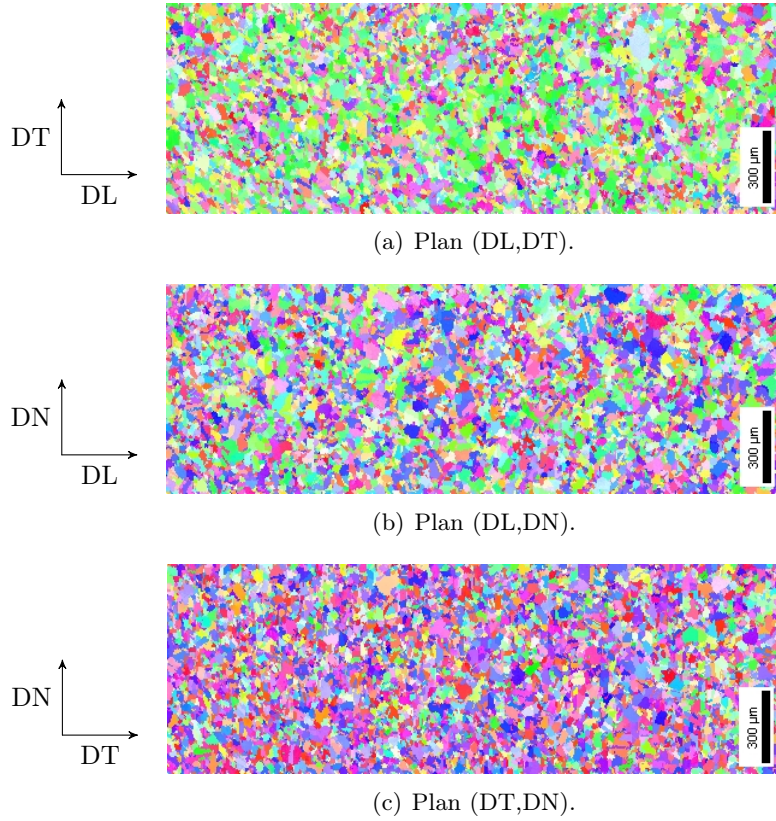
Figure 3.3 – Micrographie pour le cuivre recuit dans le plan (DL,DN) (cliché pris au microscope optique).

La seconde étape a consisté à obtenir les informations relatives à la texture cristallographique du matériau. Celle-ci est également susceptible d'influer sur le comportement en fatigue ; les orientations cristallographiques préférentielles peuvent être source d'anisotropie. Une texture cristallographique est définie de la façon suivante $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ où $\{hkl\}$ représente les indices de MILLER de la famille de plans cristallographiques parallèles au plan de laminage (plan de normale DN) et $\langle uvw \rangle$ la famille de directions cristallographiques parallèles à la direction de laminage. La texture cristallographique a été déterminée par EBSD et les données ont été traitées avec le logiciel OIM (*Orientation Imaging Microscopy*). Pour cela, des cartographies ont été faites sur le matériau recuit pour trois plans d'observation : (DL,DT), (DL,DN) et (DT,DN). Une seule direction d'analyse suffirait pour déterminer la texture cristallographique mais l'intérêt d'en avoir plusieurs est de profiter de l'analyse EBSD pour caractériser la microstructure beaucoup plus précisément ; calcul des dispersions des tailles de grain, du taux de macle, des désorientations intra-granulaires, etc. Il faut souligner que les données statistiques obtenues par EBSD dépendent des paramètres choisis pour l'exécution de la cartographie et de ceux du traitement informatique et notamment du mode de définition des grains.

Afin d'avoir des données représentatives les zones cartographiées doivent contenir suffisamment de grains ; pour le cuivre ces zones font environ $1 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ et le pas a été fixé à $5 \mu\text{m}$ pour que le temps de cartographie soit raisonnable. Comme ces paramètres ne permettent pas de prendre en compte les grains dont le diamètre est inférieur à environ $5 \mu\text{m}$, des cartographies plus locales ont été faites avec des pas de l'ordre du demi-micron. Celles-ci tendent à montrer que la proportion de petits grains est faible ; moins de 1 % des grains ont un diamètre inférieur à $5 \mu\text{m}$.

Pour visualiser la microstructure, les cartographies d'orientations sont présentées figures 3.4 et 3.10. Celles-ci représentent l'orientation d'une des trois directions de la plaque (ou du plan normal à cette direction) dans le repère de chaque grain. En termes de texture morphologique, les cartographies d'orientations corroborent les résultats des microgra-

phies optiques. Les distributions de taille de grain sont sensiblement analogues dans les trois directions ; le diamètre moyen des grains vaut environ $30\ \mu\text{m}$ et la dispersion est faible (voir figure 3.5). Concernant la texture cristallographique, certaines cartographies montrent qu'il existe des orientations préférentielles (notamment sur la figure 3.4a), ce point est détaillé dans le paragraphe suivant.



Lecture des orientations par rapport à la direction DN :

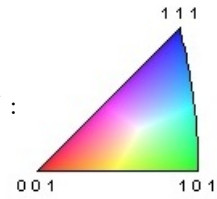


Figure 3.4 – Cartographies d'orientations obtenues par EBSD et réalisées pour trois plans d'observation (taille des zones : environ $2500\ \mu\text{m} \times 900\ \mu\text{m}$, pas : $5\ \mu\text{m}$).

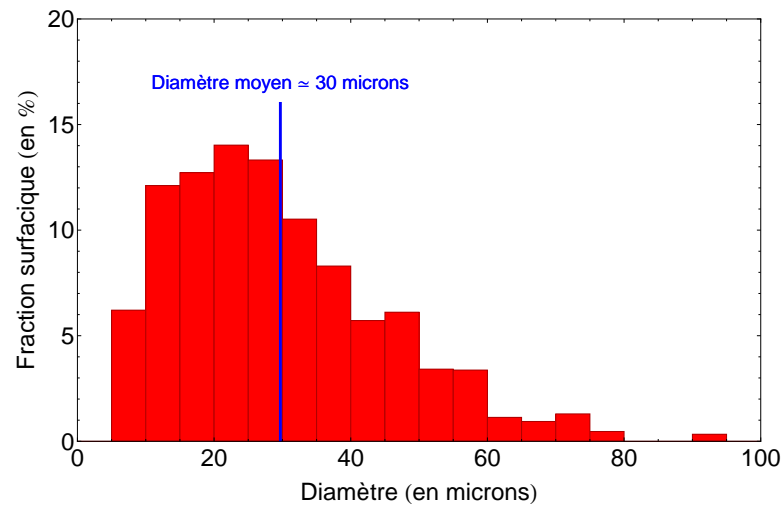


Figure 3.5 – Distribution de la taille de grain du cuivre (obtenue d’après la cartographie figure 3.4b).

Une des méthodes pour analyser plus précisément la texture cristallographique est de représenter les figures de pôles directes (voir figure 3.6). Celles-ci représentent la projection dans le repère de la plaque d’une famille de directions d’un grain (de manière équivalente, ces figures représentent aussi la projection dans le repère de la plaque de la famille des plans normaux à ces directions). Du fait des symétries du procédé de laminage (symétrie orthotrope), ces figures de pôles directes présentent deux axes de symétrie : DL et DT. La méthode mise en oeuvre sous OIM pour représenter ces figures sous forme d’un tracé continu consiste en une décomposition en harmoniques sphériques [Bunge, 1982] (le rang a été fixé à 22 et la demi-largeur gaussienne à 5°).

Pour identifier les textures présentes, les figures de pôles directes obtenues par EBSD ont été comparées à celles des textures classiques du cuivre laminé [Kocks et al., 2000], [Wenk & Van Houtte, 2004]. Il apparaît que le cuivre est composé principalement de 5 textures de laminage : cube, cuivre, laiton, goss et S (voir tableau 3.2 et figure 3.7). Le niveau maximal sur les figures de pôles est d’environ trois ce qui signifie que localement sur les figures de pôles la concentration en pôles est au maximum trois fois plus importante par rapport à une distribution d’orientations isotrope. Ce niveau est considéré moyennement élevé aux regards des valeurs qu’il peut atteindre ; ce niveau vaut par exemple 10 pour un cuivre étiré à froid étudié dans les travaux de [Phung, 2012]. La texture cristallographique est donc moyennement marquée pour le cuivre étudié dans ce travail de thèse.

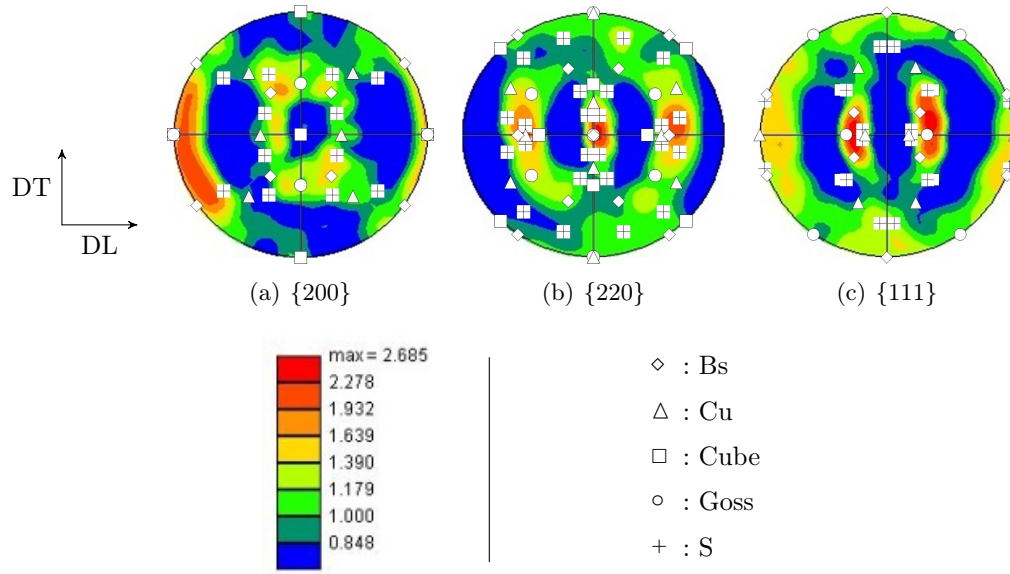


Figure 3.6 – Figures de pôles directes du cuivre obtenues par EBSD auxquelles ont été superposées les figures de pôles des textures identifiées.

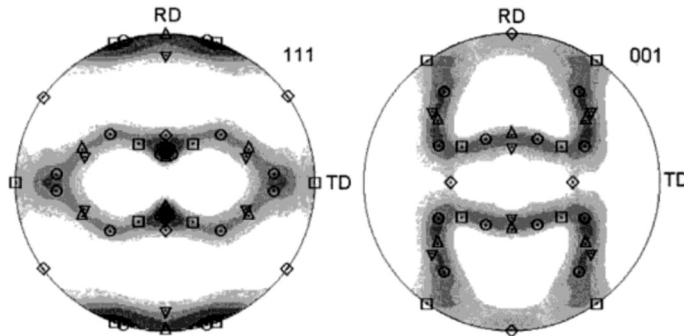


Figure 3.7 – Figures de pôles directes du cuivre laminé pour un taux de réduction de 90 % d'après la littérature [Kocks et al., 2000]. Les textures présentes sont \square : Bs, \triangle : Cuivre, ∇ : Dillamore, \diamond : Goss, \circ : S (la composante cube n'est volontairement pas représentée). La direction RD (*Reference Direction*) est équivalente à DL et TD (*Transverse Direction*) est équivalente à DT.

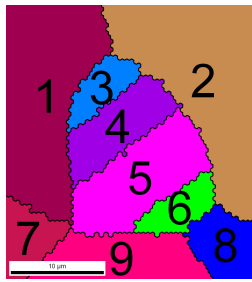
Texture – Symbole	Indices de MILLER	Angles d'EULER (en °)
Cuivre – Cu	$\{112\} \langle 111 \rangle$	(39,23 65,90 26,56), (140,77 65,91, 63,44), (90 35,26 45)
S	$\{123\} \langle 634 \rangle$	(52,86 74,49 33,69), (152,97 57,69 71,5), (58,98 36,70 63,43), (27,03 57,69 18,43), (127,13 74,5 56,31), (121,02 36,70 26,56)
Laiton – Bs	$\{011\} \langle 112 \rangle$	(54,73 90 45), (144,74 45 0/90), (35,26 45 0/90), (125,26 90 45)
Goss	$\{011\} \langle 100 \rangle$	(0 45 0/90), (90 90 45), (180 45 0/90)
Cube	$\{001\} \langle 100 \rangle$	(0/90/180 0 0) (0/90/180 90 90) (0/90/180 90 0) (0 90 0)...

Tableau 3.2 – Indices de MILLER des textures de laminage identifiées [Bacroix, 2009]. Les angles d'EULER (voir chapitre 2, section 2.4.2) sont également mentionnés, c'est à partir de ces valeurs qu'ont été tracées les figures de pôles des textures de laminage identifiées.

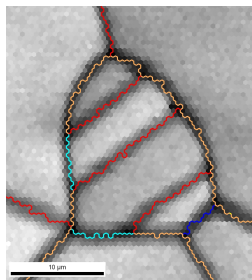
Il est également possible d'obtenir des informations relatives à la nature des joints de grains, notamment afin d'estimer le taux de macles. Leur rôle lors de la déformation d'un matériau est un sujet de recherche d'actualité [Zhang et al., 2012]. De plus, il a été vu au chapitre 1, section 1.6.2 que les bandes de type II se forment préférentiellement le long des joints de macle. Les micrographies optiques sur les échantillons en cuivre révèlent de nombreuses macles. Il ne s'agit pas à priori de macles mécaniques mais de macles de recristallisation (ou de recuit) apparues lors du laminage à chaud. Dans le cuivre le type de macle très largement prédominant correspond à une rotation entre les deux cristaux maclés de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ (joint de type $\Sigma 3$ [Souai, 2011]).

Une des méthodes pour estimer le taux de macle consiste à tracer la distribution de l'angle de désorientation inter-granulaire. Pour obtenir cette distribution, le logiciel calcule l'angle de désorientation entre les deux pixels situés de part et d'autre de tous les joints de grain de la cartographie. Il est dès lors possible de calculer la fraction linéique de joints de grains présentant une désorientation donnée (voir figure 3.8). Dans le cas du cuivre, la distribution présente un pic prononcé pour un angle de 60° (voir figure 3.9). Une analyse plus locale menée à posteriori sur une cartographie réalisée avec un pas plus fin (voir figure 3.10) révèle que 98 % du pic correspond à des macles cohérentes, c'est-à-dire que le plan du joint est un plan dense $\{111\}$ ¹. Les 2 % restants correspondent à des macles incohérentes (le plan du joint est autre que $\{111\}$) ou à des joints de grains classiques (certaines textures ont leurs composantes désorientées de 60° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$, c'est par exemple le cas de la texture laiton ou cuivre). Les macles sont donc très majoritairement cohérentes et le taux de macles peut-être estimée à environ 35 %.

1. Signalons qu'en toute rigueur il n'est pas possible de déterminer si une macle est cohérente ou incohérente à partir d'une cartographie EBSD dans un seul plan d'étude. Néanmoins, le logiciel OIM propose un moyen de contourner cette difficulté (voir partie *Twin Boundaries* de l'aide du logiciel).



(a) Cartographie des grains et des joints de grains (les couleurs des grains sont attribuées aléatoirement).



Boundaries: Rotation Angle					
	Min	Max	Fraction	Number	Length
— 0°	0°	5°	0.000	0	0.00 nm
— 5°	5°	15°	0.039	23	6.64 microns
— 15°	15°	25°	0.106	62	17.90 microns
— 25°	25°	35°	0.000	0	0.00 nm
— 35°	35°	45°	0.002	1	288.68 nm
— 45°	45°	57°	0.462	270	77.94 microns
— 57°	57°	63°	0.391	229	66.11 microns

(b) Cartographie de l'indice de qualité à laquelle a été superposée le tracé des joints de grains. Les valeurs de désorientation inter-granulaire sont données par le code couleur.

Figure 3.8 – Exemple illustrant la méthode mise en oeuvre pour la définition des grains et le calcul de la distribution de désorientation inter-granulaire pour les cartographies obtenues par EBSD (cartographie d'un échantillon de cuivre avec un pas de 0,5 μm).

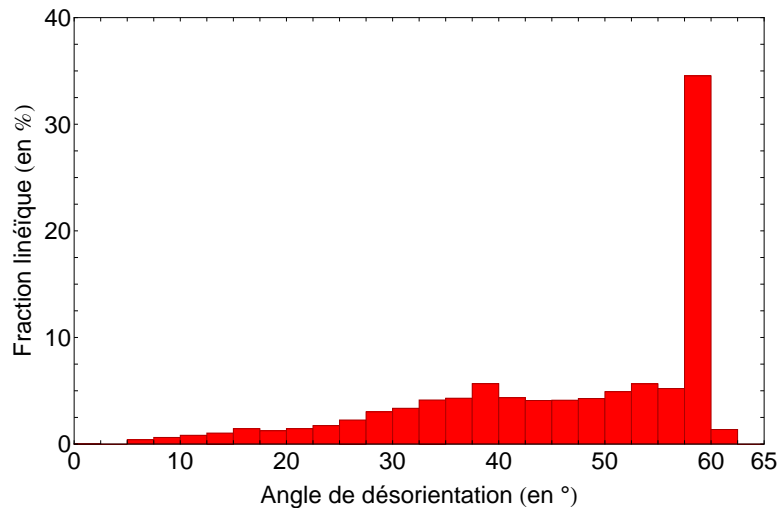
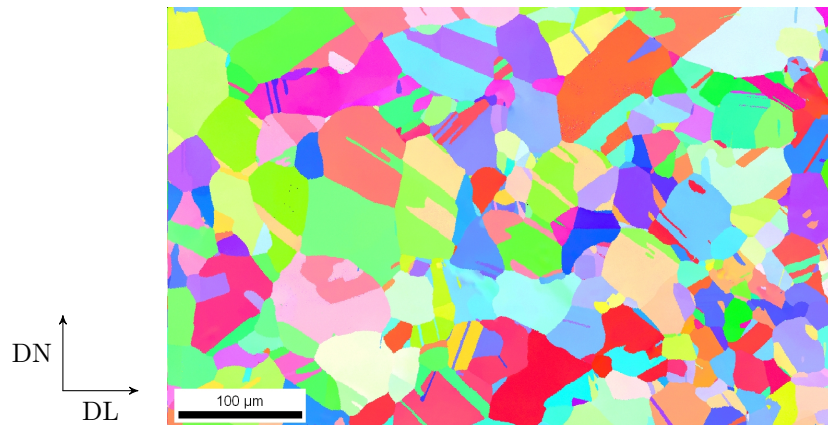
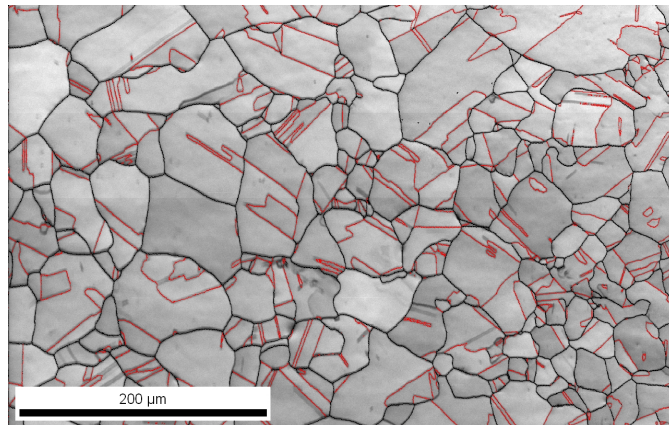


Figure 3.9 – Distribution de l'angle de désorientation inter-granulaire. La fraction linéique est nulle en dessous de 5° car ce seuil de désorientation définit les joints de grains.



(a) Cartographie d'orientations.



(b) Cartographie de l'indice de qualité (utilisée pour visualiser les grains) à laquelle ont été superposés les tracés des joints de grains (en noir) et des joints de macles (en rouge). Les macles cohérentes sont définies avec une tolérance sur l'angle de désorientation de 5° et une tolérance sur l'orientation des plans {111} de 2°.

Figure 3.10 – Cartographies d'orientations et de l'indice de qualité obtenues par EBSD pour le plan d'observation (DL,DN) (taille de la zone : environ 540 µm × 350 µm, pas : 0,5 µm).

3.3 Comportement mécanique

3.3.1 Propriétés en traction quasi-statique

Dans le but de connaître le comportement du cuivre recuit sous chargement monotone, des essais de traction quasi-statique ont été réalisés avec une machine de traction servo-hydraulique MTS. La force $F(t)$ à l'instant t est enregistrée par un capteur de force et les déformations sont obtenues à partir de la mesure du déplacement de la traverse (pour des déformations inférieures à 15 % un extensomètre est aussi utilisé). Ces essais ont été faits à température ambiante et à vitesse de déformation imposée. Les vitesses de déformation ont été fixées à $\dot{\epsilon} = 10^{-2}$, 10^{-3} et 10^{-4} s^{-1} , cette gamme de vitesses de déformation étant généralement appliquée pour caractériser le comportement mécanique des matériaux métalliques. La géométrie des éprouvettes de traction est présentée figure 3.11, elle est conforme à la norme des essais de traction des matériaux métalliques NF EN ISO 6892-1. La longueur de la partie utile de l'éprouvette est notée l , sa section S , et leurs valeurs initiales sont indicées par un 0. L'axe de sollicitation correspond à DL comme dans le cas des essais de fatigue.

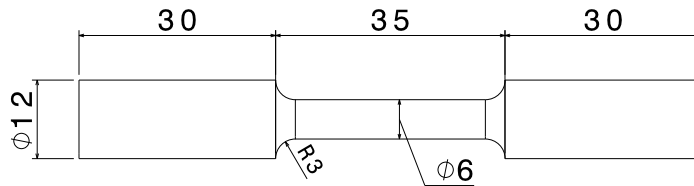


Figure 3.11 – Géométrie des éprouvettes de traction quasi-statique en cuivre (dimensions en mm).

La figure 3.12a représente la courbe de traction conventionnelle c'est-à-dire la contrainte $\sigma_C(t) = \frac{F(t)}{S_0}$ en fonction de la déformation $\epsilon_C(t) = \frac{l(t)-l_0}{l_0}$. En réalité la section droite de l'éprouvette n'a pas une aire constante puisqu'elle diminue sous l'effet POISSON. Pour prendre en compte ce phénomène la courbe de traction conventionnelle est corrigée par la courbe dite rationnelle qui porte la contrainte vraie $\sigma_V(t)$ en fonction de la déformation vraie $\epsilon_V(t)$. Pour cela, le changement de variables est le suivant :

$$\epsilon_V(t) = \ln(1 + \epsilon_C(t)) \quad \text{et} \quad \sigma_V(t) = \sigma_C(t)(1 + \epsilon_C(t))$$

Le calcul de la contrainte vraie suppose une déformation homogène de l'éprouvette ce qui n'est pas vérifié dès que le phénomène de striction apparaît. Celui-ci peut-être détecté expérimentalement quand la force appliquée commence à chuter ou mathématiquement avec le critère de CONSIDÈRE :

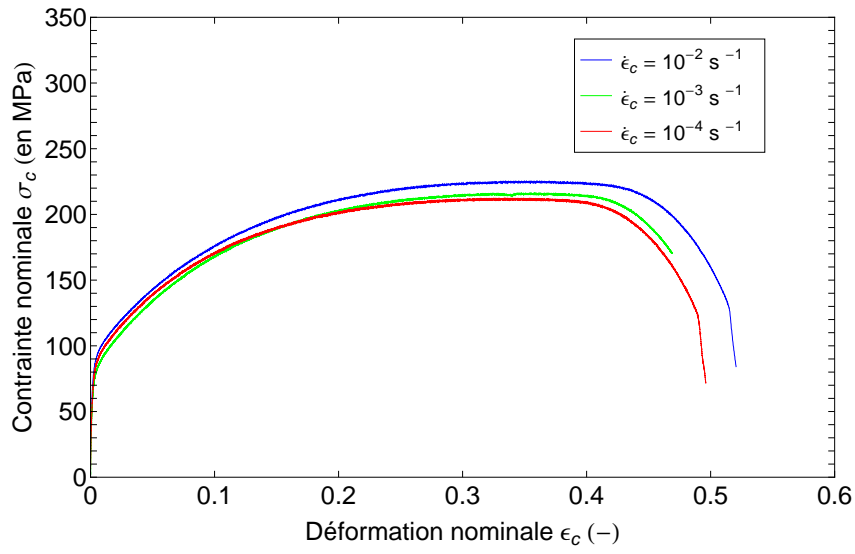
$$\frac{d\sigma_C}{d\epsilon_C} = 0 \quad \text{et} \quad \frac{d\sigma_V}{d\epsilon_V} = \sigma_V$$

La courbe rationnelle est donnée figure 3.12b et les caractéristiques mécaniques identifiées à partir de la courbe conventionnelle sont présentées tableau 3.3. On constate que la

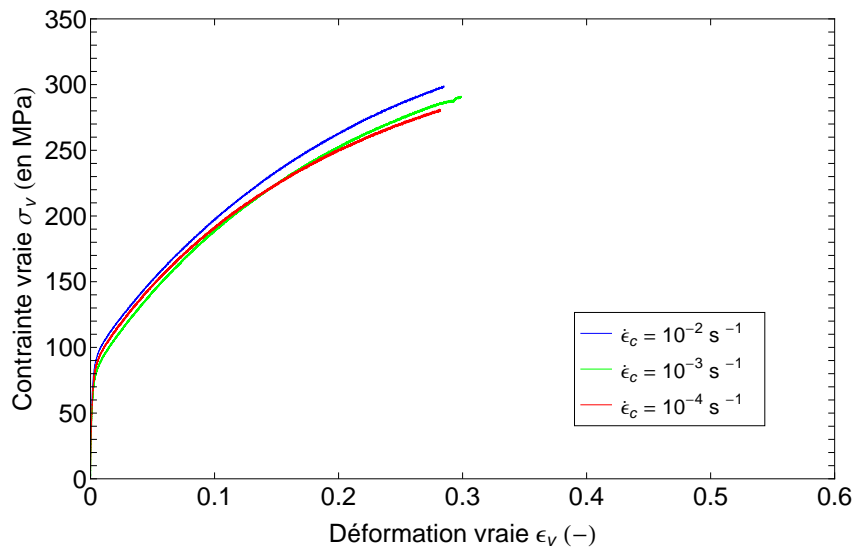
vitesse de déformation n'influe pas la partie élastique et son influence sur la contrainte d'écoulement plastique reste faible dans la gamme de vitesses de déformation considérée. Comme le domaine élastique du cuivre est peu étendu, il est difficile d'identifier avec précision son module de YOUNG à partir d'un essai de traction quasi-statique. Le module de YOUNG du cuivre a donc été mesuré par un essai vibratoire (voir chapitre 2, section 2.2.1). Les valeurs obtenues par ces deux techniques sont tout à fait cohérentes.

Vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ (en s^{-1})	Limite élastique R_e (en MPa)	Limite élastique à 0,2 % $R_{e0,2\%}$ (en MPa)	Allongement à la rupture $A\%$ (en %)	Limite à la rupture R_m (en MPa)
10^{-2}	$\simeq 50$	81	52	225
10^{-3}	$\simeq 50$	70	47	215
10^{-4}	$\simeq 50$	75	49	211

Tableau 3.3 – Caractéristiques mécaniques du cuivre recuit en traction monotone pour trois vitesses de déformation.



(a) Courbe conventionnelle.



(b) Courbe rationnelle.

Figure 3.12 – Courbes de traction quasi-statique du cuivre recuit pour différentes vitesses de déformation.

3.3.2 Sensibilité à la vitesse de déformation

L'étude des effets de fréquence sur la tenue en fatigue pose la question de la sensibilité à la vitesse de déformation. Pour cela, des essais de compression à différentes vitesses de déformation ont été réalisés sur des pions cylindriques en cuivre de 6 mm de diamètre et de 6 mm de hauteur. Pour couvrir une large gamme de vitesses de déformation ces essais ont été faits avec une machine servo-hydraulique MTS ($\dot{\epsilon} = 13.10^{-5}$ à $8,5 \text{ s}^{-1}$) et avec des barres de HOPKINSON ($\dot{\epsilon} = 550$ à 2070 s^{-1}). Les résultats de ces essais sont présentés figure 3.13.

L'évolution de la contrainte d'écoulement avec la vitesse de déformation (pour une déformation constante) est souvent modélisée par une loi puissance de paramètres m et k dont l'expression est :

$$\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right) = k \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^m$$

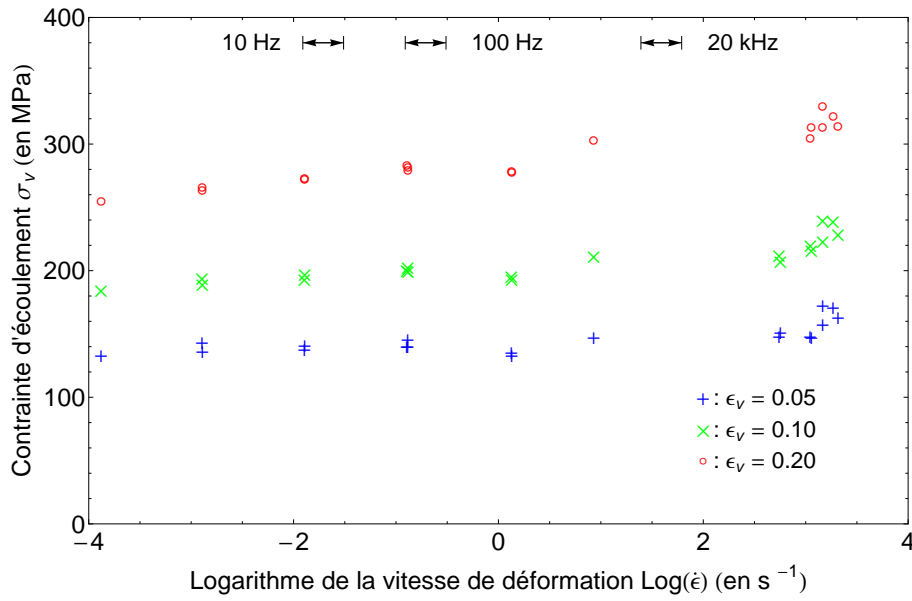
où m représente le coefficient de sensibilité logarithmique à la vitesse de déformation, quant à $\dot{\epsilon}_0$ et σ_0 ce sont deux coefficients qui permettent d'adimensionner m et k . En composant par la fonction logarithme et en différenciant on aboutit à la définition de m [Rusinek, 2000] [Berbenni, 2002] :

$$m = \left. \frac{\partial \log(\sigma)}{\partial \log(\dot{\epsilon})} \right|_{\epsilon, T}$$

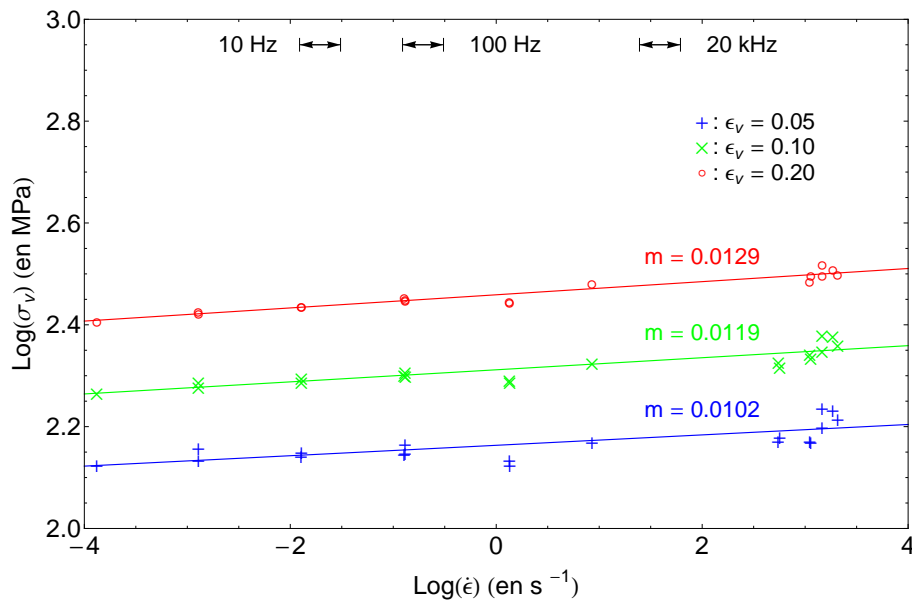
Pour le cuivre étudié les coefficients de sensibilité logarithmique à la vitesse de déformation m se situent autour de 0,01. Ces valeurs sont considérées faibles par rapport à d'autres matériaux ; à titre indicatif pour un acier ES de structure CC le coefficient m est compris entre 0,03 et 0,04 [Rusinek, 2000]. Le cuivre étudié est donc peu sensible à la vitesse de déformation².

Les matériaux de structure CFC sont peu sensibles à la vitesse de déformation contrairement aux matériaux de structure CC. Ce phénomène s'explique de la façon suivante. Le mouvement des dislocations est en général limité par deux grands types d'obstacles : le frottement de réseau et les interactions entre dislocations. Les joints de grains sont considérés comme des obstacles infranchissables par les dislocations. Le frottement de réseau ainsi que certaines interactions entre dislocations (c'est le cas par exemple de l'interaction avec la forêt de dislocation) sont des obstacles pouvant être franchis par activation thermique [Favier, 2005] [François et al., 2009a] [François et al., 2009b] [Hirth & Lothe, 1968]. Comme les contraintes associées au frottement de réseau sont plus faibles dans les matériaux de structure CFC ces matériaux sont moins sensibles à la vitesse de déformation.

2. À titre indicatif, quand la vitesse de déformation est multipliée par 100, la contrainte d'écoulement augmente d'environ 5% pour $m = 0,01$, elle augmente d'environ 20 % quand $m = 0,04$.



(a) Représentation linéaire-log.



(b) Représentation log-log.

Figure 3.13 – Évolution de la contrainte d'écoulement du cuivre en compression pour différentes vitesses de déformation et pour trois déformations totales (représentation en grandeurs vraies). À titre indicatif les plages de vitesses de déformation moyennes pour les essais à 10 Hz, 100 Hz et 20000 Hz sont représentées (les limites de ces plages correspondent à des contraintes de 40 et 100 MPa).

3.4 Préparation des éprouvettes et échantillons

3.4.1 Usinage

Afin d'avoir une microstructure identique dans toutes les éprouvettes, celles-ci sont prélevées au cœur des plaques. Le prélèvement des éprouvettes par rapport aux directions caractéristiques des plaques laminées DL, DT et DN ne devrait pas influencer sur les résultats des essais de fatigue puisque les matériaux étudiés ne présentent pas de texture morphologique et leurs textures cristallographiques sont moyennement marquées. L'axe des éprouvettes cylindriques coïncide avec DL, quant aux éprouvettes plates leur plan moyen coïncide avec le plan (DL, DN) (voir figure 3.14). Il faut préciser que les sections des éprouvettes sont d'au moins 6 mm^2 ce qui garantit de solliciter un nombre important de grains (plus de 5000).

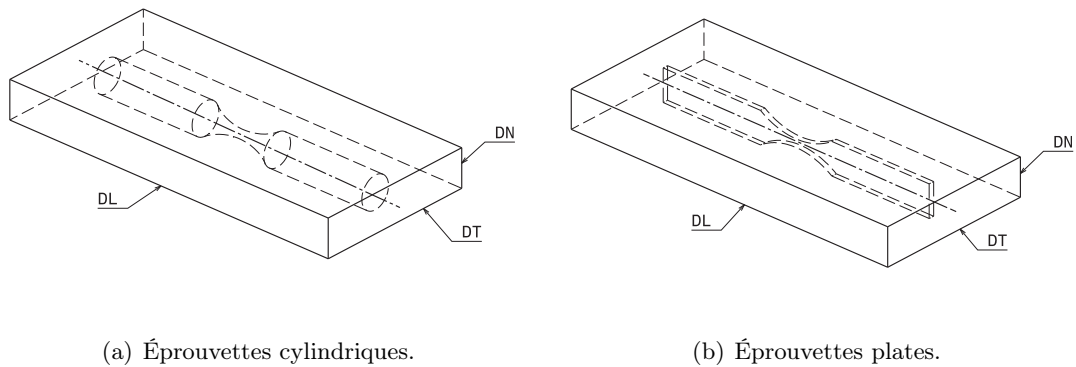


Figure 3.14 – Prélèvement des éprouvettes dans les plaques en cuivre.

3.4.2 Traitements thermiques

Suite à l'étape d'usinage, la surface des éprouvettes est écrouie et elle peut présenter des contraintes résiduelles de compression. Ces dernières sont susceptibles de modifier localement les phénomènes physiques que l'on souhaite observer. Il est donc nécessaire de supprimer ces contraintes de surface, particulièrement si l'on veut faire des mesures qualitatives ou des analyses qui n'impliquent qu'une petite épaisseur à la surface du matériau (c'est le cas de l'EBSA par exemple).

Dans ce but, un recuit de détente est réalisé sur les éprouvettes (voir tableau 3.4).

3.4.3 Polissage

L'étape de polissage des éprouvettes a pour objectifs de :

- réduire la rugosité de surface dans le but d'observer par différentes techniques de microscopie les manifestations des mécanismes de microplasticité,

Température (en °C)	250
Temps de montée (en h)	0
Temps de maintien (en h)	1
Refroidissement	Rapide (sortie directe du four)
Environnement	Air

Tableau 3.4 – Recuit réalisé sur les éprouvettes en cuivre dans le but de réduire les contraintes résiduelles.

- réduire la rugosité de surface afin d’éviter les concentrations de contraintes locales,
- éliminer la couche de matériau superficielle, écrouie lors de l’usinage des éprouvettes.

À l’issue de cette étape on vise un état poli-miroir c’est-à-dire qu’aucun défaut ou rayure n’est visible au microscope optique.

Polissage mécanique

Le polissage débute par un polissage mécanique avec des disques abrasifs. Le polissage mécanique des éprouvettes plates est réalisé avec une polisseuse classique, quant aux éprouvettes cylindriques elles sont montées sur un tour.

Les paramètres principaux du polissage mécanique sont :

- les granulométries des disques utilisés ; elles sont mentionnées dans le tableau 3.5.
- la vitesse de rotation du plateau polisseur ou de la broche. Dans le premier cas elle a été fixée à 250 tr/min et dans le second cas à 640 tr/min (à condition d’appuyer modérément) car la surface de contact entre le disque et l’éprouvette est petite.

Le polissage mécanique est un processus d’enlèvement de matière par contact ; le matériau poli est donc écroui très localement sur une épaisseur estimée à deux/trois fois la granulométrie du disque utilisé. Afin de supprimer la couche écrouie et d’améliorer l’état de surface ce polissage est suivi d’un polissage électrolytique.

Numéro du disque	1200	2400	4000
Granulométrie (en μm)	15	10	5
Profondeur de matériau affectée par le polissage mécanique (en μm)	45	20	10

Tableau 3.5 – Polissage mécanique du cuivre.

Polissage électrolytique

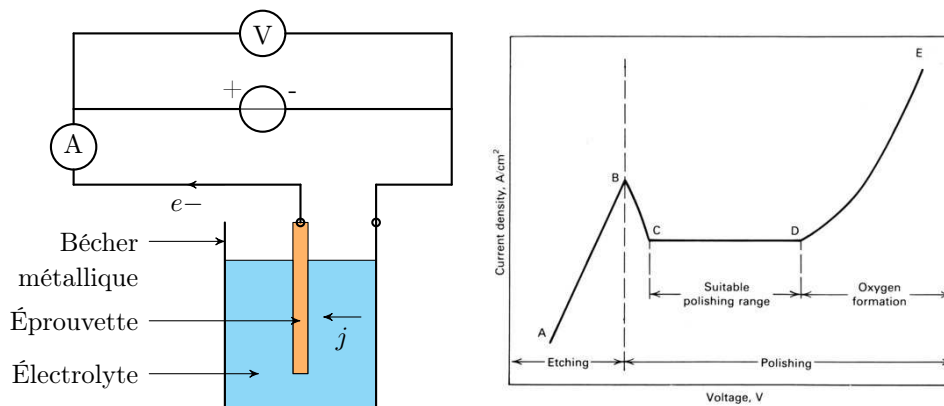
Le polissage électrolytique est fondé sur le principe de dissolution anodique (voir figure 3.15a). L'éprouvette à polir constitue l'anode d'un circuit électrique. Celle-ci est reliée au pôle + d'un générateur de tension continue et est plongée dans un électrolyte contenu dans un bûcher métallique. Ce dernier est relié à la borne – et constitue la cathode. Une différence de potentiel est appliquée entre l'éprouvette et le bûcher ce qui génère un courant électrique dans le circuit et une réaction électrochimique produit une dissolution de la couche superficielle de l'éprouvette.

Les paramètres principaux du polissage électrolytique sont :

- le réactif et l'intensité surfacique du courant appliqué. Le choix de ce couple dépend du matériau à polir. L'intensité surfacique optimale peut-être déterminée en construisant la courbe intensité surfacique de courant – potentiel de l'électrolyte (voir figure 3.15b).
- la durée de polissage ; elle doit être suffisante pour enlever la couche écrouie.

Les paramètres pour le polissage électrolytique du cuivre sont présentés tableau 3.6. Les polissages ont été réalisés de façon séquentielle ; cela permet d'une part de réduire l'apparition des piquûres et d'autre part de limiter l'échauffement de l'électrolyte.

Dans le but de connaître l'épaisseur de matériau retirée, les dimensions des éprouvettes sont mesurées à l'issue du polissage (voir tableau 3.7). Ces mesures sont faites soit avec un palmer, soit à l'aide d'un projecteur de profil pour éviter de détériorer la surface.



(a) Schéma de principe du polissage électrolytique.

(b) Allure de la courbe intensité surfacique de courant j - potentiel V d'un électrolyte. De A à B : attaque électrolytique, de D à E : polissage électrolytique avec risque de piquûres dues à la formation d'oxygène, de C à D : palier pour un polissage électrolytique optimal (adapté de [ASM, 2004]).

Figure 3.15 – Polissage électrolytique.

Solution	Solution d'acide phosphorique (d'abord incolore puis bleue)
Intensité surfacique j (en A/cm ²)	0,6
Voltage (en V)	10
Temps	3×60 secondes

Tableau 3.6 – Polissage électrolytique du cuivre.

Épaisseur retirée sur le diamètre au polissage mécanique (en μm)	$\simeq 80$
Épaisseur retirée sur le diamètre au polissage électrolytique (en μm)	$\simeq 120$
Épaisseur totale retirée sur le diamètre (en μm)	$\simeq 200$

Tableau 3.7 – Épaisseurs retirées durant les étapes de polissage pour le cuivre.

3.4.4 Mesure des contraintes résiduelles

Pour s'assurer que la couche de matériau superficielle écrouie a été retirée à l'issue des étapes de préparation des éprouvettes des mesures de contraintes résiduelles ont été faites sur des éprouvettes non sollicitées. Les contraintes mesurées correspondent à σ_{xx} (voir chapitre 2, figure 2.10). Les zones de mesure ont une taille d'environ 3 mm² et sont situées à l'endroit où la section des éprouvettes est la plus petite.

Une mesure a été réalisée sur chaque type d'éprouvette plate à savoir sur une éprouvette de fatigue ultrasonique et sur une de fatigue conventionnelle. Les contraintes mesurées sont mentionnées dans le tableau 3.8. Il s'agit de contraintes de compression tandis que les contraintes à coeur sont supposées de traction par autoéquilibre des contraintes. Pour ces deux géométries les contraintes mesurées sont proches ce qui a permis de valider la procédure de préparation des éprouvettes plates en cuivre.

Comme la procédure de préparation des éprouvettes cylindriques est sensiblement identique à celle des éprouvettes plates les mesures de contraintes résiduelles n'ont pas été faites pour les éprouvettes cylindriques et nous supposons que ces contraintes sont proches de celles mesurées pour les éprouvettes plates.

Géométrie d'éprouvette	Contraintes longitudinales σ_{xx} (en MPa)
Éprouvette de fatigue ultrasonique	-31 ± 8
Éprouvette de fatigue conventionnelle	-25 ± 10

Tableau 3.8 – Contraintes résiduelles mesurées sur les éprouvettes plates en cuivre non sollicitées.

3.4.5 Attaque chimique

L'attaque chimique permet de révéler la microstructure d'un matériau. Pour cela, un échantillon poli doit être plongé suffisamment longtemps dans une solution acide qui attaque différemment les grains en fonction de leur orientation cristallographique. Cela crée un contraste qui permet d'observer les grains au microscope optique. Le choix du réactif et du temps d'attaque est propre à chaque matériau ; pour le cuivre ils sont détaillés dans le tableau 3.9.

Réactifs	10 g de FeCl_3 30 mL de HCl 120 mL de H_2O
Temps d'attaque	10 s

Tableau 3.9 – Paramètres pour l'attaque chimique du cuivre (les temps d'attaque sont donnés à titre indicatif, ils dépendent de l'âge de la solution).

3.5 Principales conclusions du chapitre

Les principales conclusions du chapitre sont les suivantes :

- d'un point de vue microstructural, le cuivre étudié :
 - ne présente pas de texture morphologique ; les grains sont équiaxes et la taille moyenne de grain vaut environ $30\ \mu\text{m}$,
 - présente une texture cristallographique moyennement marquée de matériau laminé,
 - a un taux de macles estimé à 35 % et il s'agit essentiellement de macles cohérentes.
- ce cuivre est peu sensible à la vitesse de déformation ; le coefficient de sensibilité logarithmique à la vitesse de déformation vaut environ $m = 0,01$.
- plusieurs précautions expérimentales ont été prises afin que les résultats des essais à haute et basses fréquences soient comparables :
 - toutes les éprouvettes ont été usinées dans le même lot de matériau et ont été préparées de façon identique,
 - des mesures de contraintes résiduelles réalisées sur les éprouvettes de fatigue conventionnelle et ultrasonique après préparation ont montré que ces contraintes sont voisines et négligeables.

Les chapitres 2 et 3 sont des chapitres préliminaires détaillant les techniques expérimentales et la caractérisation du matériau étudié. Les chapitres suivants se concentrent sur l'étude des effets de fréquence sur le comportement en fatigue et présentent les résultats expérimentaux. Le chapitre 4 traite dans un premier temps de l'effet de la fréquence sur la durée de vie en fatigue du cuivre polycristallin et étudie dans un second temps l'effet de la fréquence à travers des mesures de température.

Chapitre 4

Durée de vie en fatigue du cuivre pur polycristallin – Apports des mesures de température pour l'étude du comportement en fatigue

Sommaire

4.1	Introduction	124
4.2	Courbe de WÖHLER du cuivre pur polycristallin à différentes fréquences	124
4.2.1	Résultats	124
4.2.2	Comparaison avec les travaux de la littérature	130
4.3	Évolution de la température au cours des essais de fatigue – Comparaison des énergies dissipées au cours d'un cycle à différentes fréquences	133
4.3.1	Mesures de température couplées à des observations du relief de surface	133
4.3.2	Mesures de température lors des essais ultrasoniques avec système de refroidissement	137
4.3.3	Mesures de température lors des essais à basses fréquences . . .	139
4.3.4	Calcul de l'énergie dissipée au cours d'un cycle	142
4.3.5	Effet de la température	146
4.4	Estimation des amplitudes de déformation plastique	148
4.5	Discussion	150
4.6	Principales conclusions du chapitre	150

4.1 Introduction

La synthèse bibliographique du chapitre 1 a montré qu'il n'était pas possible de conclure sur les effets de fréquence sur la durée de vie en fatigue du cuivre pur polycristallin. L'objectif de la première partie de ce chapitre est donc de présenter les courbes de WÖHLER construites à différentes fréquences dans des conditions d'essais qui rendent ces courbes comparables. La seconde partie vise à expliquer les résultats de la première partie par une approche énergétique fondée sur des mesures de température. Pour cela, les valeurs de l'énergie dissipée au cours d'un cycle calculées à différentes fréquences sont comparées.

4.2 Courbe de WÖHLER du cuivre pur polycristallin à différentes fréquences

4.2.1 Résultats

La courbe de WÖHLER du cuivre pur polycristallin a été construite à 20 et à 20000 Hz avec des éprouvettes cylindriques dont la section décroît progressivement vers le centre (voir chapitre 2, section 2.3). Cette géométrie d'éprouvette a un double avantage par rapport aux éprouvettes plates : d'une part les contraintes sont uniformes sur le contour d'une section d'éprouvette et d'autre part comme elles sont plus faciles à polir elles présentent moins de défauts de forme¹. Ces défauts sont susceptibles d'entraîner des concentrations de contraintes locales bien plus élevées que celles calculées traditionnellement avec des abaques [Peterson, 1974] ou par éléments finis pour des géométries parfaites.

Les essais de fatigue à 20 Hz ont été réalisés par le CETIM et les données relatives aux éprouvettes cylindriques sollicitées à 20000 Hz sont issues des travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014]. Rappelons que ces travaux concernent le même cuivre que celui étudié dans ce travail de thèse et que les éprouvettes ont été préparées de façon identique. De plus, ces essais de fatigue ultrasonique ont été refroidis. Cette précaution n'est pas nécessaire pour les essais de fatigue conventionnelle puisque des mesures de température montrent que sans refroidissement les échauffements des éprouvettes sont faibles et leur température se situe autour de 22 °C (nous y reviendrons plus loin dans ce chapitre). Ainsi les essais de fatigue ont été faits de façon quasi-isotherme à une température proche de l'ambiante.

Les résultats sont présentés sur la figure 4.1 et dans le tableau 4.2. À titre de comparaison les résultats d'essais pour des éprouvettes plates rompues à 10 et 100 Hz ont été rajoutés. Dans la suite de ce chapitre nous engloberons sous les termes basses fréquences les fréquences d'essais inférieures ou égales à 100 Hz et la fréquence de 20000 Hz sera

1. Le polissage électrolytique est moins précis au niveau des arrêtes des éprouvettes plates pouvant créer très localement de petits défauts de forme.

qualifiée de haute fréquence.

Tout d'abord la figure 4.1 montre que les résultats des essais à 20 Hz sur les éprouvettes cylindriques et ceux à 10 et 100 Hz sur les éprouvettes plates sont en adéquation. S'il existe un effet de fréquence, il est difficile de l'identifier à partir des résultats à ces trois fréquences car les écarts sont dans la dispersion généralement observée en fatigue. L'ensemble de ces points constituent la courbe de WÖHLER à basses fréquences. Celle-ci présente deux régimes :

1. pour $8.10^4 \leq N \leq 3,7.10^6$, soit $75 \text{ MPa} \leq \sigma \leq 120 \text{ MPa}$: la courbe de WÖHLER est assimilable à une portion de droite et l'amplitude de contrainte décroît avec le nombre de cycles à rupture à raison de 25 MPa par décade.
2. pour $3,7.10^6 \leq N$, soit $\sigma \leq 75 \text{ MPa}$: la courbe de WÖHLER présente un changement de pente et semble tendre vers une asymptote horizontale à 75 MPa. Des essais à plus grands nombres de cycles seraient nécessaires pour confirmer l'existence de cette asymptote et d'une limite de fatigue associée.

La courbe de WÖHLER à haute fréquence présente également deux régimes et peut se modéliser par deux portions de droite :

1. pour $3,6.10^6 \leq N \leq 2,5.10^8$, soit $95 \text{ MPa} \leq \sigma \leq 115 \text{ MPa}$: l'amplitude de contrainte décroît avec le nombre de cycles à rupture à raison de 10 MPa par décade.
2. pour $2,5.10^8 \leq N$, soit $\sigma \leq 95 \text{ MPa}$: comme précédemment la courbe de WÖHLER présente un changement de pente. Dans ce régime la pente de la courbe est très faible et peut-être estimée à 1 MPa par décade. Des essais à plus grands nombres de cycles seraient la aussi nécessaires pour établir l'existence d'une asymptote horizontale et d'une limite de fatigue.

Les courbes de WÖHLER à basses et haute fréquences révèlent un effet de fréquence sur le comportement en fatigue du cuivre pur polycristallin. Cet effet peut-être vu de deux façons :

- pour un nombre de cycles fixé la résistance à la fatigue est plus élevée à haute fréquence qu'à basses fréquences,
- pour une amplitude de contrainte fixée la durée de vie est plus élevée à haute fréquence qu'à basses fréquences.

L'effet de fréquence est d'autant plus marqué que la contrainte est faible. À titre indicatif le tableau 4.1 donne, pour une contrainte donnée, le rapport de la durée de vie à haute fréquence à celle à basses fréquences. Ces rapports ont été calculés à partir des deux courbes de tendance de la figure 4.1.

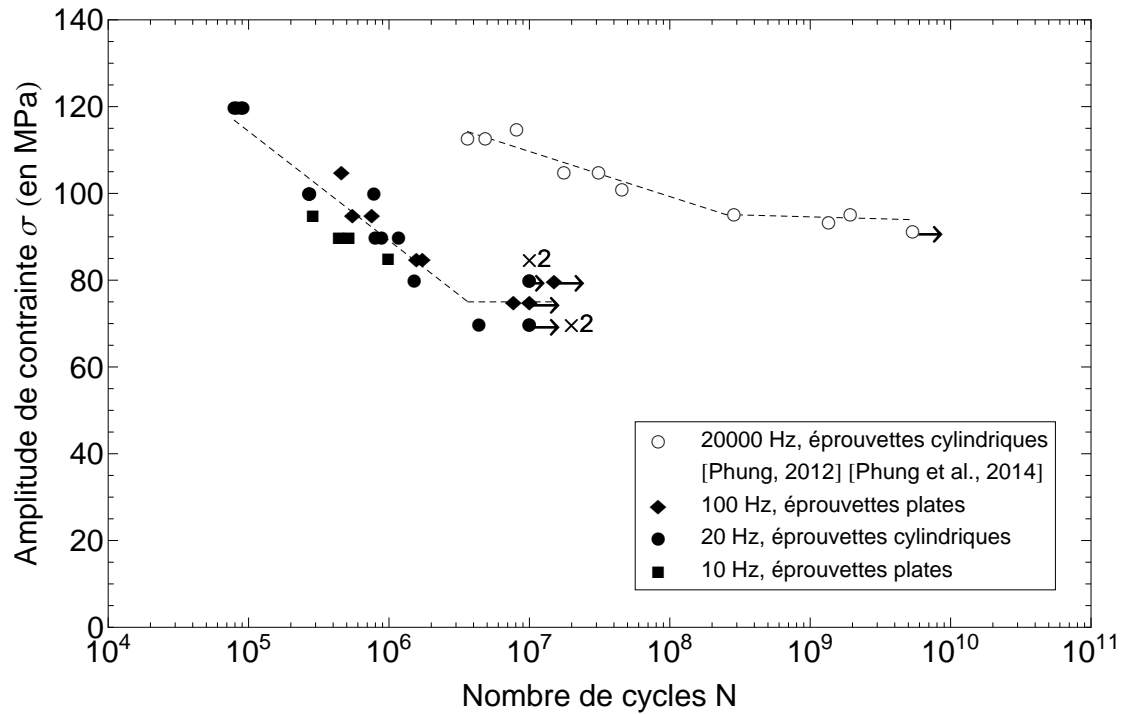


Figure 4.1 – Courbe de WÖHLER du cuivre pur polycristallin à 10, 20, 100 et 20000 Hz et à température ambiante. La courbe de tendance à basses fréquences et celle à haute fréquence sont représentées en pointillés. Chaque courbe de tendance est constituée par des portions de droites. Les flèches désignent des éprouvettes qui ne se sont pas rompues et le nombre d'éprouvettes non rompues est indiqué par un numéro.

Amplitude de contrainte (en MPa)	Rapport des durées de vie (en décade)
115	1,5
105	2,1
95	2,7
94	3,9

Tableau 4.1 – Rapport de la durée de vie à haute fréquence à celle à basses fréquences pour une contrainte donnée.

Ces résultats permettent aussi de vérifier que les sollicitations parasites mesurées lors des essais de fatigue pour les éprouvettes de fatigue conventionnelle plates ont des amplitudes suffisamment faibles pour ne pas avoir d'influence sur les mécanismes de microplasticité. En effet, il faut s'attendre à ce que les sollicitations parasites (flexion et torsion) soient plus élevées pour les éprouvettes plates que pour les éprouvettes cylindriques beaucoup plus massives (les sollicitations pour les éprouvettes plates ont été

quantifiées chapitre 2, section 2.3.2). Néanmoins, la courbe de WÖHLER montre que pour une amplitude de contrainte fixée, les durées de vie obtenues avec les éprouvettes de fatigue conventionnelle plates sont sensiblement identiques à celles obtenues avec les éprouvettes de fatigue conventionnelle cylindriques. De plus, ceci confirme que les résultats obtenus à partir d'essais de fatigue à basses et hautes fréquences sur des éprouvettes plates sont tout à fait comparables.

Amplitude de contrainte (en MPa) et géométrie d'éprouvette		Fréquence : 10 Hz Sans refroidissement			Fréquence : 20 Hz Sans refroidissement			Fréquence : 100 Hz Sans refroidissement			Fréquence : 20000 Hz Avec refroidissement		
		Rupture		N _r	Rupture		N _r	Rupture		N _r	Rupture		N _r
		Oui	Non		Oui	Non		Oui	Non		Oui	Non	
55	□		×	NR à 10 ⁶					×	2 NR à 10 ⁷		×	2 NR à 10 ⁷
65	□		×	2 NR à 10 ⁶					×	2 NR à 10 ⁷		×	2 NR à 10 ⁷
70	○				×		4 376 052						
	○					×	2 NR à 10 ⁷						
75	□		×	2 NR à 10 ⁶				×		7 697 320		×	2 NR à 10 ⁷
	□								×	NR à 10 ⁷			
80	○					×	2 NR à 10 ⁷						
	○				×		1 512 918						
	□								×	NR à 1,5.10 ⁷			
85	□	×		984 745				×		1 728 435		×	2 NR à 10 ⁷
	□		×	NR à 10 ⁶				×		1 569 648			
	□								×	3 NR à 10 ⁶			
90	○				×		796 936						
	○				×		888 278						
	○				×		1 168 744						
	□	×		439 776					×	2 NR à 10 ⁶		×	2 NR à 10 ⁶
	□	×		517 665									
91	○											×	NR à 5,35.10 ⁹
93	○										×		1,35.10 ⁹

Amplitude de contrainte (en MPa) et géométrie d'éprouvette		Fréquence : 10 Hz Sans refroidissement			Fréquence : 20 Hz Sans refroidissement			Fréquence : 100 Hz Sans refroidissement			Fréquence : 20000 Hz Avec refroidissement		
		Rupture		N _r	Rupture		N _r	Rupture		N _r	Rupture		N _r
		Oui	Non		Oui	Non		Oui	Non		Oui	Non	
95	○										×		2,86.10 ⁸
	○										×		1,93.10 ⁹
	□	×		286 002				×		753 000		×	3 NR à 10 ⁶
	□							×		550 000			
100	○				×		270 440						
	○				×		271 383						
	○				×		781 795						
	○				×		268 776						
	□											×	NR à 10 ⁶
101	○										×		4,56.10 ⁷
105	○										×		3,12.10 ⁷
	○										×		1,76.10 ⁷
	□							×		459 966			
110	□											×	NR à 10 ⁶
113	○										×		3,63.10 ⁶
	○										×		4,85.10 ⁶
115	○										×		8,10.10 ⁶
120	○				×		91 120						
	○				×		81 780						
	○				×		88 336						
	○				×		79 210						

Tableau 4.2 – Liste des essais permettant de construire la courbe de WÖHLER du cuivre pur polycristallin à 10, 20, 100 et 20000 Hz et à température ambiante. Pour la géométrie d'éprouvette le symbole ○ désigne une éprouvette cylindrique et le symbole □ une éprouvette plate. Le sigle NR signifie qu'il n'y a pas eu de rupture. Le nombre d'éprouvettes testées est indiqué devant ce sigle.

4.2.2 Comparaison avec les travaux de la littérature

La courbe de WÖHLER à basses fréquences et celle à haute fréquence présentées précédemment sont globalement cohérentes avec celles de la littérature. Pour en juger les courbes de tendance sont présentées sur les figures 4.2 et 4.3. Néanmoins des écarts sont observés par rapport à certains résultats de la littérature. Avant de les commenter il faut préciser que ces écarts peuvent être dus à trois principaux facteurs :

- l'utilisation ou non d'un système de refroidissement et son pouvoir réfrigérant. Un système de refroidissement a été utilisé pour au moins trois des quatre courbes de WÖHLER construites à des fréquences voisines de 20000 Hz. Il n'est pas spécifié dans les travaux de [Lukáš et al., 2011] si un système de refroidissement a été utilisé ou non.
- l'état d'écrouissage. Pour limiter l'influence de ce facteur et ainsi pouvoir faire des comparaisons, tous les cuivres dont les résultats sont exposés sur les figures 4.2 et 4.3 sont dans le même état d'écrouissage que celui étudié dans cette thèse c'est-à-dire à l'état recuit.
- la taille de grain. En effet, comme vu au chapitre 1, section 1.5.3 la résistance à la fatigue tend à diminuer quand la taille de grain augmente [Thompson & Backofen, 1971] [Lukáš & Kunz, 1987] [Zhang & Jiang, 2006].

La courbe de WÖHLER à basses fréquences présente une pente similaire aux pentes des courbes de la littérature jusqu'à environ 3.10^6 cycles. En revanche, les courbes de la littérature ne présentent pas d'asymptote horizontale [Thompson & Backofen, 1971] [Lukáš et al., 1974] [Lukáš & Kunz, 1987]. Le premier régime de la courbe de WÖHLER à basses fréquences est en très bon accord avec la courbe de [Lukáš & Kunz, 1987] pour le cuivre ayant un diamètre de grain de 70 μm . L'écart avec la courbe de [Lukáš & Kunz, 1987] pour le cuivre ayant un diamètre de grain de 1,2 mm pourrait s'expliquer par un effet de la taille de grain. L'écart avec la courbe de [Lukáš et al., 1974] n'est pas expliqué ; malgré une taille de grain plus importante que le cuivre étudié et une fréquence d'essai plus faible la résistance à la fatigue est meilleure ce qui va à l'encontre des observations faites précédemment. Il est difficile de conclure quant à un effet de fréquence entre 30 et 100 Hz car cet effet peut être masqué par un effet de la taille de grain. Les valeurs des pentes des courbes de WÖHLER à hautes fréquences sont plus dispersées, en revanche toutes les courbes semblent tendre vers une asymptote horizontale. Le second régime de la courbe de WÖHLER à haute fréquence est en bon accord avec la courbe de [Stanzl-Tschegg, 2008]. Des écarts importants (jusqu'à 40 MPa) sont observés avec celle de [Lukáš et al., 2011] et de [Awatani et al., 1975] ; de tels écarts restent inexpliqués à moins que l'effet de la taille de grain ne soit accentué en fatigue ultrasonique. Comme vu précédemment, il est difficile de conclure quant à un effet de fréquence entre 17700 et 20000 Hz car cet effet peut être masqué par un effet de la taille de grain.

Il faut aussi noter que pour un nombre de cycle fixé, les valeurs de résistance à la fatigue sont toujours plus élevées à hautes fréquences qu'à basses fréquences.

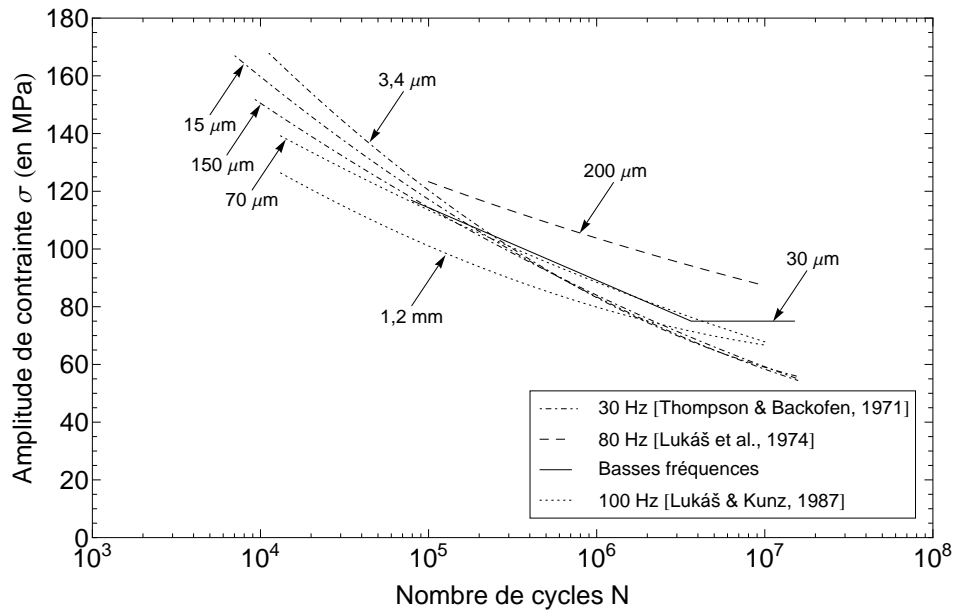


Figure 4.2 – Courbe de WÖHLER à basses fréquences comparée avec celles de la littérature pour le cuivre pur polycristallin. Tous les cuivres sont à l'état recuit et leurs tailles de grain sont spécifiées à côté des courbes.

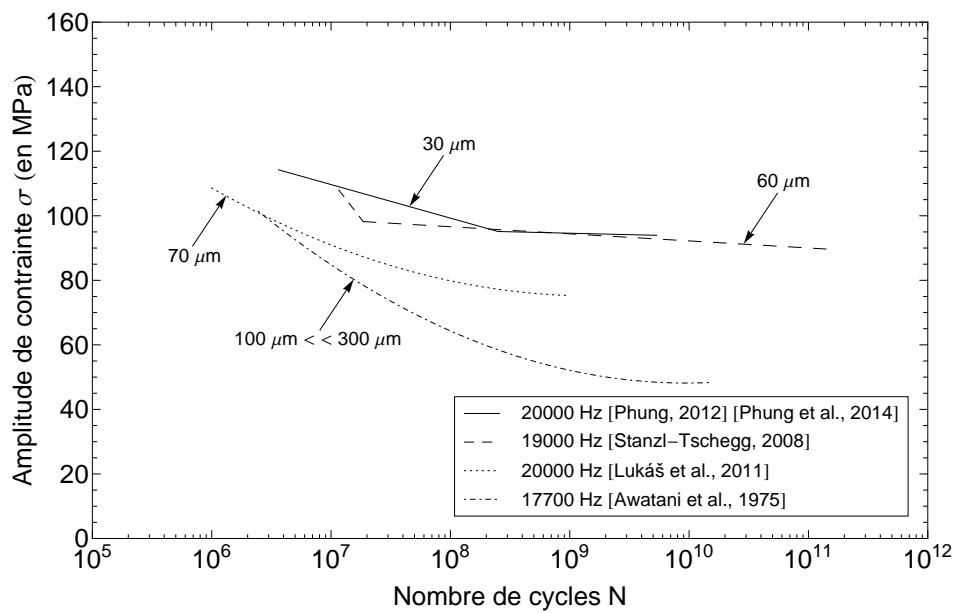


Figure 4.3 – Courbe de WÖHLER à haute fréquence comparée avec celles de la littérature pour le cuivre pur polycristallin. Tous les cuivres sont à l'état recuit et leurs tailles de grain sont spécifiées à côté des courbes.

L'effet de fréquence mis en évidence dans nos essais peut se manifester au cours des différents stades de la durée de vie en fatigue. Dans le cas des matériaux ductiles monophasés il a été vu que la formation des PSB est le mécanisme précurseur à l'amorçage de fissures. Par conséquent la durée de vie en fatigue pour ces matériaux se décompose selon les quatre stades suivants :

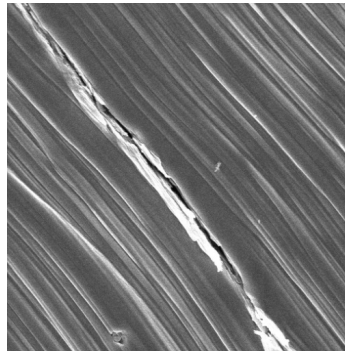
1. développement de la microplasticité et formation des PSB.
2. transition PSB/microfissures (voir figure 4.4a).

Ces deux premiers stades correspondent à la phase d'amorçage de fissures.

3. micropropagation de fissures,
4. macropropagation d'une fissure principale (voir figure 4.4b).

Ces deux derniers stades correspondent à la phase de propagation de fissures.

Il est généralement admis que la phase d'amorçage de fissures représente 90 % de la durée de vie en fatigue (cette caractéristique admise pour de nombreux matériaux a largement été mise en évidence pour des aciers [Bathias & Paris, 2005] [Wagner et al., 2009]). Il faut donc s'attendre à un effet de fréquence à la fois sur la phase d'amorçage de fissures (stades 1 et 2) et sur la phase de propagation (stades 3 et 4). Dans la suite de ce travail nous nous intéresserons essentiellement à l'effet de fréquence sur les mécanismes précurseurs à l'amorçage de fissures, c'est-à-dire au premier stade.



(a) Amorçage d'une microfissure au niveau d'une PSB (largeur fenêtre : $\simeq 15 \mu\text{m}$).



(b) Macropropagation d'une fissure principale à la surface d'une éprouvette plate (largeur fenêtre : $\simeq 1 \text{ mm}$).

Figure 4.4 – Illustration des stades 2 et 4 de la durée de vie en fatigue.

4.3 Évolution de la température au cours des essais de fatigue – Comparaison des énergies dissipées au cours d'un cycle à différentes fréquences

Un suivi de l'évolution de la température des éprouvettes au cours des essais de fatigue est nécessaire afin d'atteindre les deux objectifs suivants :

- contrôler que les essais de fatigue à basses et haute fréquences soient faits dans des conditions thermiques semblables c'est-à-dire que les températures des éprouvettes soient voisines et proches de la température ambiante,
- comparer les énergies dissipées au cours d'un cycle calculées à partir de ces mesures de température. Ces calculs donnent des informations sur l'activité plastique.

Les mesures ont été réalisées avec une caméra infrarouge². Des éprouvettes plates ont été utilisées car elles permettent d'observer toute la zone utile sans induire d'artefact sur les mesures du à la géométrie de la surface. Pour le traitement des données, une température moyenne est calculée sur une zone d'étude d'environ 2 mm × 2 mm située au centre des éprouvettes. Les grandeurs moyennées sur cette zone seront notées $\bar{\bullet}$, par exemple l'échauffement moyen sur cette zone sera noté $\bar{\theta}$ ³.

Les résultats relatifs aux deux objectifs cités précédemment seront présentés dans les sections 5.4.2 à 4.3.4, mais avant cela il est proposé de corréliser les mesures de température à des observations du relief de surface après essais de fatigue.

4.3.1 Mesures de température couplées à des observations du relief de surface

Afin de corréliser les mesures de température à des observations du relief de surface, des essais de fatigue par blocs, aussi appelés essais d'auto-échauffement (voir chapitre 1, section 1.2.3) ont été réalisés à 100 Hz. Pour analyser cette corrélation les mesures de température et les observations de surface ont été faites sur la même éprouvette⁴. Le protocole expérimental est le suivant :

- deux éprouvettes ont été soumises à des blocs de chargement de 20000 cycles pour lesquels les amplitudes de contrainte ont été fixées à 40, 60, 80, 100, 120 et 140 MPa (pour les deux éprouvettes la rupture se produit au cours du dernier bloc).
- au cours de chaque bloc les températures des éprouvettes sont mesurées par caméra infrarouge et en fin de bloc les températures sont relevées. Il faut préciser que le nombre de cycles de chaque bloc a été fixé à 20000 de sorte que les températures

2. Les éprouvettes ont été peintes en noir à l'aérographe pour fixer leur émissivité à 1 (cas du corps noir).

3. Il faut préciser que dans le cas des essais de fatigue ultrasonique, la durée d'un cycle est très inférieure au temps d'ouverture de la caméra infrarouge fixé à environ 1 ms. L'échauffement mesuré par la caméra est donc moyenné sur plusieurs cycles quelle que soit la fréquence d'acquisition. Dans le cas des essais à basse fréquence, la durée d'un cycle est supérieure au temps d'ouverture de la caméra. L'échauffement mesuré par la caméra n'est donc pas moyenné sur plusieurs cycles. Pour simplifier, dans les deux cas nous appellerons $\bar{\theta}(t)$ l'échauffement mesuré par la caméra et moyenné sur la zone d'étude.

4. Seule l'une des deux faces des éprouvettes est peinte en noir.

des éprouvettes soient stabilisées ou quasi-stabilisées en fin de bloc. De plus, des mesures de température sur un échantillon non sollicité placé dans le champ de la caméra infrarouge ont montré que l'influence du milieu environnant sur les mesures de température des éprouvettes peut être négligée.

- entre chaque bloc une réplique de la surface de l'éprouvette est réalisée avec un polymère⁵ (voir figure 4.5). La résolution de la réplique est inférieure au micron ce qui permet d'observer assez finement les modifications du relief de surface et notamment les bandes de glissement. Cette technique est particulièrement utilisée pour les essais de fatigue ininterrompus car elle évite un démontage/remontage de l'éprouvette.
- les répliques sont métallisées par pulvérisation cathodique (plasma d'or-palladium) et observées au MEB (c'est donc un négatif de la surface qui est observé).

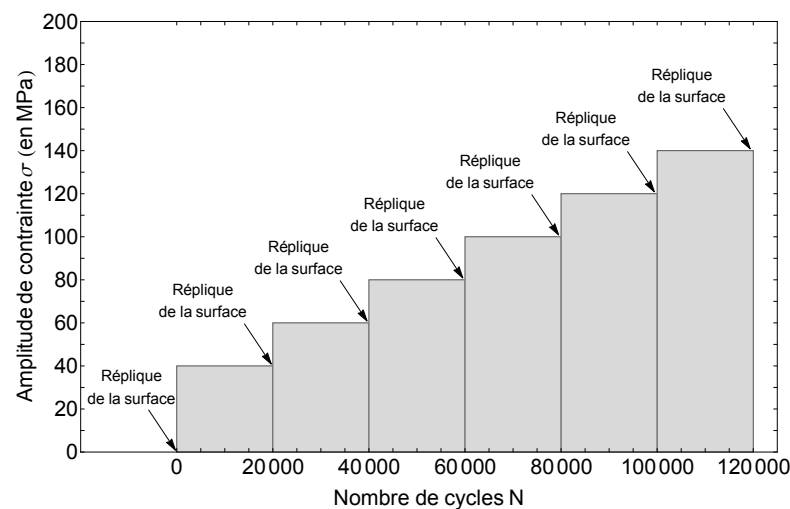


Figure 4.5 – Chargement appliqué pour les essais de fatigue par blocs à 100 Hz.

La figure 4.6 représente l'échauffement des éprouvettes en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée. Les marqueurs « x » donnent les valeurs moyennes et les barres d'erreurs donnent les valeurs minimales et maximales. Les lettres (a) à (e) font référence aux sous-figures de la figure 4.7 qui montrent les observations en surface associées à chaque amplitude de contrainte.

Pour les plus bas niveaux de contrainte, c'est-à-dire 40, 60 et 80 MPa, l'échauffement des éprouvettes est faible (inférieur à 0,25 °C) et aucune bande de glissement n'est détectée en surface. À 100 MPa l'échauffement des éprouvettes augmente (il vaut environ 1 °C) et quelques bandes de glissement sont visibles. Il s'agit de bandes droites et parallèles dont la morphologie rappelle celle des bandes de type I (voir chapitre 1, section 1.6.2). À 120 et 140 MPa l'échauffement continue d'augmenter (il est supérieur à 3 °C) et les bandes se développent ; leur nombre augmente mais elles sont aussi plus larges, plus longues et

5. Le polymère utilisé est le *Coltène President Light Body*, à base de silicone.

leur relief semble davantage prononcé. Deux régimes d'échauffement peuvent donc être distingués ; le premier est observé pour les amplitudes de contrainte les plus basses et est caractérisé par des échauffements faibles qui évoluent peu avec l'amplitude de contrainte (à raison de 5.10^{-3} °C/MPa), le second est observé pour les amplitudes de contrainte plus élevées et est caractérisé par des échauffements plus importants qui évoluent fortement avec l'amplitude de contrainte (à raison de 0,15 °C/MPa). La transition entre ces régimes se situe autour de 98 MPa (voir figure 4.6).

Ces comparaisons permettent de conclure que les mesures de température et plus généralement les calculs d'énergie dissipée qui s'appuient sur ces mesures fournissent un bon indicateur de l'activité plastique du matériau, notamment en surface (le calcul de l'énergie dissipée à partir des mesures de température sera présenté section 4.3.4).

Ces essais d'auto-échauffement sont généralement utilisés comme méthode rapide d'estimation de la limite de fatigue [Luong, 1998] [Doudard et al., 2004] [Munier, 2012] [Munier et al., 2014]. La limite de fatigue est généralement définie comme la résistance à la fatigue à 10^7 cycles. D'après la courbe de WÖHLER, la limite de fatigue à 100 Hz se situe autour de 75–80 MPa (voir figure 4.1). D'après les essais d'auto-échauffement, la limite de fatigue est comprise entre 80 et 100 MPa puisque c'est pour cet intervalle que la courbe d'échauffement présente un changement de pente significatif (voir figure 4.6). Elle pourrait plus précisément être estimée à 98 MPa puisque cette amplitude de contrainte correspond à la transition entre les deux régimes d'échauffement observés. Dans le cas du cuivre cette méthode rapide d'estimation de la limite de fatigue donne donc un bon ordre de grandeur, mais elle n'est pas très précise aux regards des résultats obtenus pour d'autres matériaux (voir les références citées précédemment).

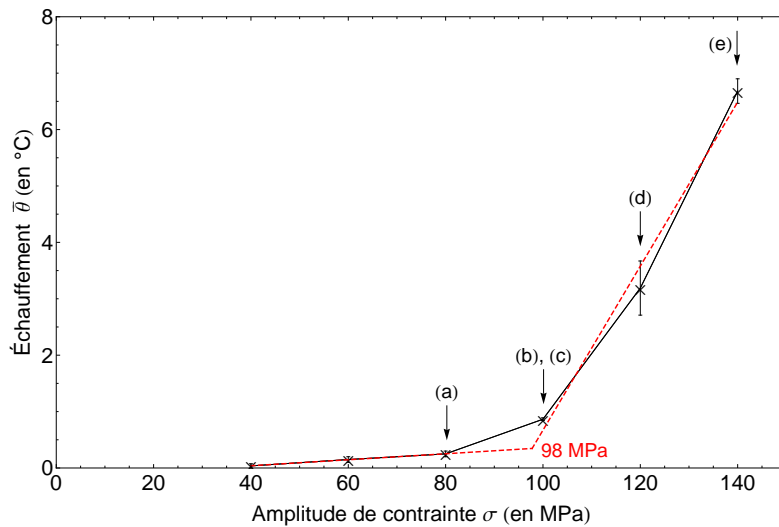
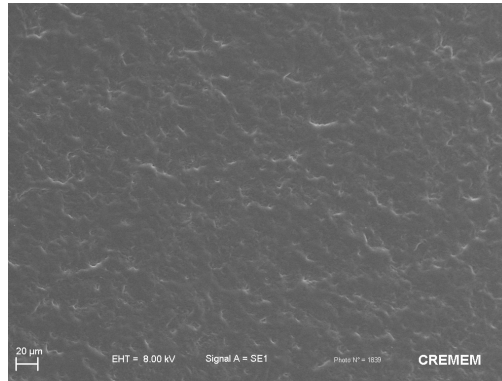
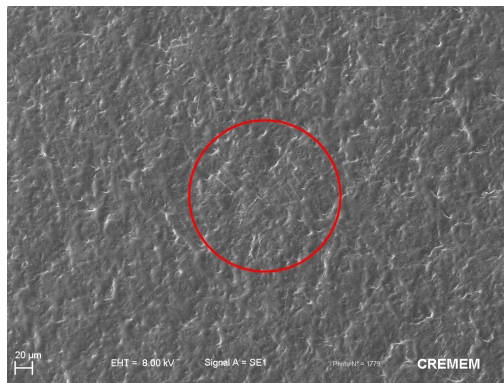


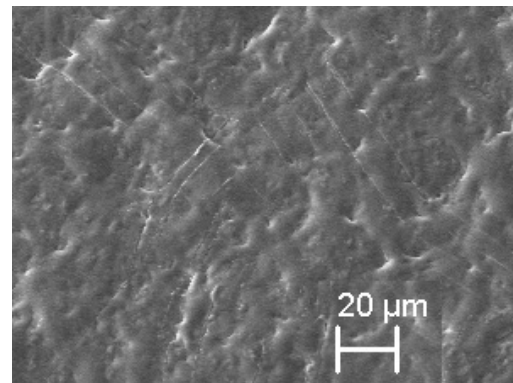
Figure 4.6 – Échauffement des éprouvettes après essais de fatigue de 20000 cycles à 100 Hz pour différentes amplitudes de contrainte. Les lignes en pointillés schématisent les deux régimes d'échauffement observés, la transition entre ces régimes se situe autour de 98 MPa.



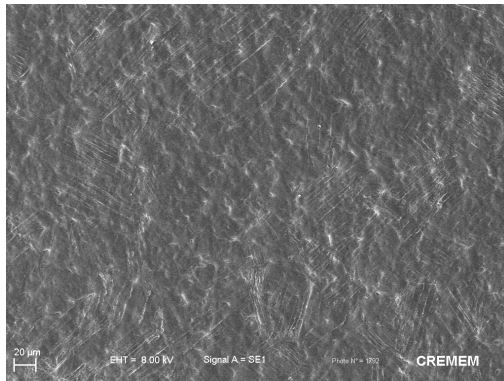
(a) Après le bloc à 80 MPa. Température en fin de bloc : 0,25 °C.



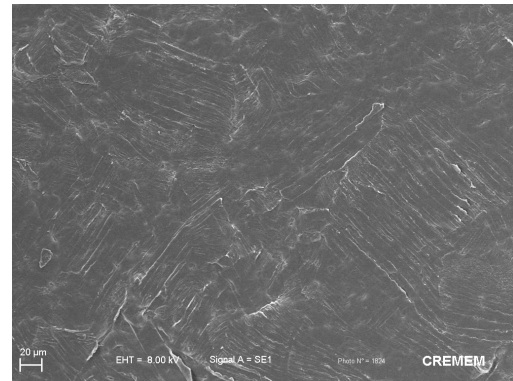
(b) Après le bloc à 100 MPa. Température en fin de bloc : 0,9 °C.



(c) Après le bloc à 100 MPa, vue agrandie de la zone entourée figure (b).



(d) Après le bloc à 120 MPa. Température en fin de bloc : 3,2 °C.



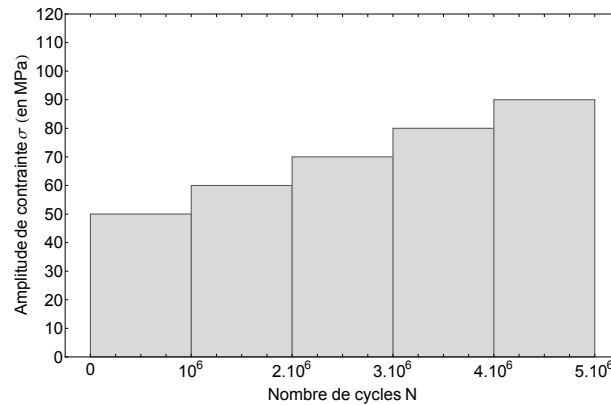
(e) Après le bloc à 140 MPa. Température en fin de bloc : 6,7 °C.

Figure 4.7 – Observations de surface après essais de fatigue de 20000 cycles à 100 Hz pour différentes amplitudes de contrainte. Les bandes de glissement sont détectables à partir d'une amplitude de contrainte de 100 MPa.

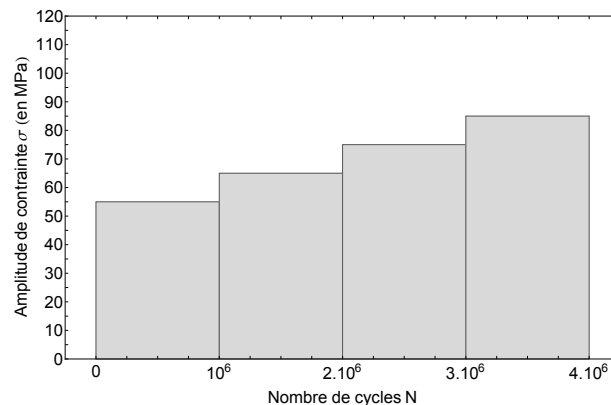
4.3.2 Mesures de température lors des essais ultrasoniques avec système de refroidissement

De façon similaire, des mesures de température ont été faites au cours des essais de fatigue ultrasonique avec système de refroidissement. Cette fois l'objectif n'est plus de corréler ces mesures de température à des observations du relief de surface mais de contrôler que les essais de fatigue à basses et haute fréquences soient faits dans des conditions thermiques semblables et de comparer les énergies dissipées au cours d'un cycle.

Les mesures de température ont été faites sur deux éprouvettes, chacune étant soumise à des blocs de chargement de 10^6 cycles. Une première éprouvette a été soumise à des amplitudes de contrainte de 50, 60, 70, 80 et 90 MPa. Une seconde éprouvette a été soumise à des amplitudes de 55, 65, 75 et 85 MPa. Les figures 4.8 et 4.9 présentent les chargements appliqués ainsi que le dispositif expérimental.



(a) Première éprouvette.



(b) Seconde éprouvette.

Figure 4.8 – Chargement appliqué pour les essais de fatigue par blocs à 20000 Hz.

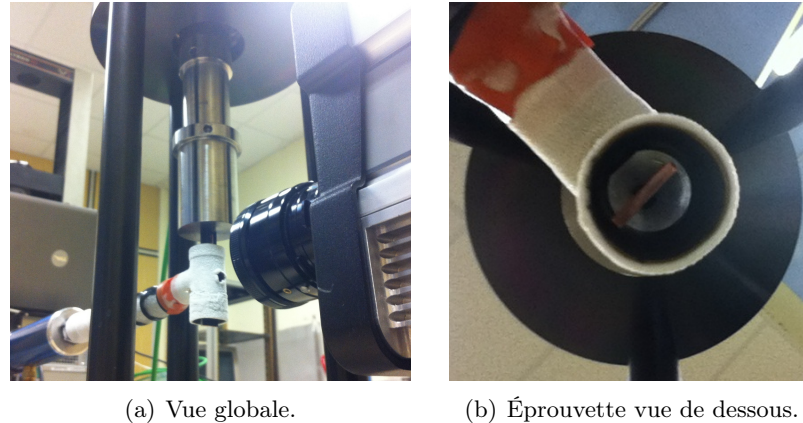


Figure 4.9 – Dispositif expérimental pour les mesures de température par caméra infrarouge lors des essais de fatigue ultrasonique avec système de refroidissement.

Les acquisitions de température $T(t)$ se font à une fréquence de 50 Hz et de la façon suivante :

- pour $0 \leq t \leq 2$ s la température T_0 de l'éprouvette refroidie est mesurée en l'absence de sollicitation mécanique (le système de refroidissement est mis en marche suffisamment tôt pour que cette température soit stabilisée). Cette température peut fluctuer d'un essai à l'autre, elle est généralement comprise entre 5 et 10 °C.
- le chargement est appliqué à $t = 2$ s pour 10^6 cycles soit jusqu'à $t = 52$ s environ. L'enregistrement de la température est fait au cours de chaque bloc de chargement et est maintenu pendant le retour à l'équilibre thermique.

À tout instant l'échauffement de l'éprouvette est calculé par la relation $\bar{\theta}(t) = T(t) - T_0$. Deux hypothèses implicites sont faites. D'une part comme les essais ultrasoniques sont courts, les variations de température du milieu environnant sont supposées ne pas avoir d'influence sur la température des éprouvettes. D'autre part bien que le flux d'air froid n'arrive que sur l'une des faces de l'éprouvette (voir figure 4.9b) la température de l'éprouvette est supposée homogène car le cuivre est un très bon conducteur de la chaleur (sa conductivité thermique vaut $\lambda = 398 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [ASM, 1996]). Les résultats sont présentés figure 4.10. Pour des amplitudes de contrainte comprises entre 55 et 85 MPa l'échauffement tend à se stabiliser à 10^6 cycles et il est inférieur à 25 °C. Sur cette plage d'amplitudes de contrainte il est donc possible de considérer que les essais ont été faits à température ambiante. À 90 MPa l'échauffement n'est pas stabilisé à 10^6 cycles et il n'est plus négligeable. Ces valeurs d'échauffement sont très éloignées de la température de fusion du cuivre $T_f \simeq 1085$ °C [ASM, 1996].

Il faut préciser qu'un système de refroidissement plus performant a été utilisé pour construire la courbe de WÖHLER à 20000 Hz comme les niveaux de contrainte appliqués sont supérieurs à 90 MPa [Phung, 2012] [Phung et al., 2014].

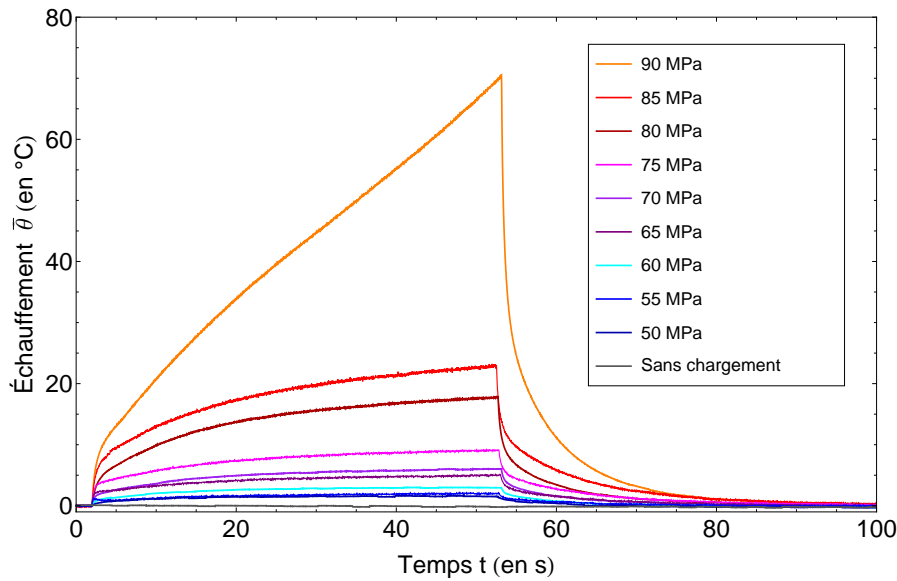


Figure 4.10 – Échauffement des éprouvettes au cours des essais de fatigue ultrasonique avec refroidissement. Les essais débutent après 2 secondes et sont arrêtés après 10^6 cycles.

4.3.3 Mesures de température lors des essais à basses fréquences

Dans le même esprit qu'à la section précédente, des mesures de température ont été faites au cours des essais de fatigue à basses fréquences. Rappelons que ces essais ne sont pas refroidis. Comme ces essais sont beaucoup plus longs que les essais ultrasoniques (il faut environ 3 h à 100 Hz pour atteindre 10^6 cycles) l'influence du milieu environnant n'est plus négligeable et sa variation de température en cours d'essai doit être prise en compte. Pour cela une température de référence $T_{\text{réf}}(t)$ est enregistrée à partir d'un échantillon non sollicité instrumenté avec un thermocouple ou placé dans le champ de la caméra infrarouge. L'échauffement de l'éprouvette est alors calculé par la relation : $\bar{\theta}(t) = T(t) - T_0 - (T_{\text{réf}}(t) - T_{\text{réf}0})$ où T_0 représente la température de l'éprouvette avant que le chargement ne soit appliqué et $T_{\text{réf}0}$ la température de référence initiale. Les fréquences d'acquisition de la caméra infrarouge et du thermocouple ont été fixées entre 0,1 et 1 Hz.

De façon similaire aux essais ultrasoniques, une première éprouvette a été soumise à 100 Hz à des blocs de chargement de 10^6 cycles pour des amplitudes de contrainte de 50, 60, 70, 80 et 85 MPa. Des mesures complémentaires à la même fréquence ont été faites sur deux éprouvettes sollicitées respectivement à 85 et 95 MPa. Pour ce dernier niveau de contrainte la rupture s'est produite avant d'atteindre les 10^6 cycles.

Les résultats révèlent que, pour l'ensemble des essais, les échauffements mesurés sont faibles. Pour les niveaux de contrainte allant de 50 à 85 MPa ils sont inférieurs à 1 °C et sont stabilisés à 10^6 cycles. À 95 MPa l'échauffement est supérieur ; il augmente de quelques dixièmes de degrés peu avant la rupture mais il n'excède pas 1,5 °C. À titre d'exemple, les résultats à 100 Hz pour les deux plus hautes amplitudes de contrainte sont

présentés figure 4.11. Les courbes pour les amplitudes plus basses ne sont pas tracées car comme les échauffements mesurés sont faibles le rapport signal/bruit augmente. Les oscillations sur les courbes de la figure 4.11 correspondent à du bruit de mesure et à la thermoélasticité qui engendre des oscillations de quelques centaines de m°C d'amplitude⁶. Les valeurs des échauffements sont mentionnées dans le tableau 4.3. À titre indicatif, les échauffements mesurés sur deux éprouvettes sollicitées à 10 Hz à des amplitudes de contrainte de 90 et 95 MPa ont été ajoutées; ces valeurs confirment que les échauffements au cours des essais de fatigue à basses fréquences sont faibles.

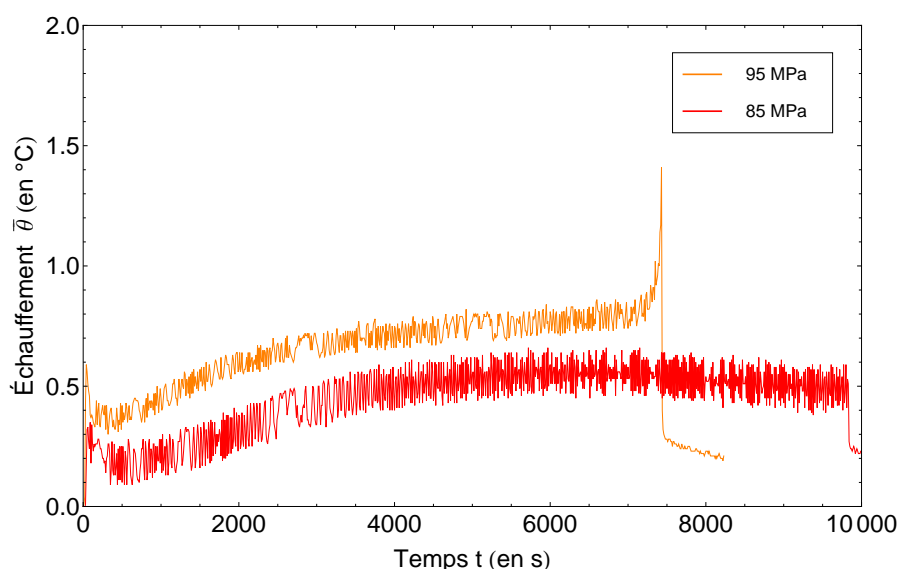


Figure 4.11 – Échauffement des éprouvettes au cours de deux essais de fatigue à 100 Hz pour des amplitudes de contrainte de 85 et 95 MPa (dans les deux cas la fréquence d'acquisition de la caméra infrarouge est de 0,1 Hz). L'essai à 85 MPa a été arrêté à 10^6 cycles, à 95 MPa la rupture est survenue après 753 000 cycles.

6. L'amplitude de température θ_{the} due à l'effet thermoélastique peut être calculée en fonction de l'amplitude de contrainte σ avec l'équation de Lord KELVIN : $\theta_{\text{the}} = -T_0 \frac{\alpha}{\rho c} \sigma$ où α représente le coefficient de dilation thermique, c la capacité thermique massique et T_0 la température initiale. À titre d'exemple, dans le cas du cuivre ($\alpha = 16 \mu\text{m.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$ et $c = 393 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$) sollicité avec une amplitude de contrainte de 100 MPa pour une température initiale égale à la température ambiante ($T_0 = 293 \text{ K}$) on obtient $\theta_{\text{the}} = 134 \text{ mK}$.

Fréquence (en Hz)	Amplitude de contrainte σ (en MPa)	Échauffement $\bar{\theta}$ (en °C)
100	50	0,13
	60	0,22
	70	0,26
	80	0,30
	85	0,50
	95	1,41 *
10	90	< 1 *
	95	< 1 *

Tableau 4.3 – Échauffements des éprouvettes après essais de fatigue de 10^6 cycles à 10 et 100 Hz. Les * désignent les essais pour lesquels la rupture est survenue avant 10^6 cycles. Pour les essais à 10 Hz et pour les niveaux de contrainte de 90 et 95 MPa celle-ci s'est produite à 439 776 et 286 002 cycles.

Pour conclure, les valeurs des échauffements mesurés à 100 et 20000 Hz pour plusieurs amplitudes de contrainte et après 10^6 cycles sont présentées sur la figure 4.12. À titre de comparaison les résultats d'Antoine BLANCHE [Blanche, 2012] pour des essais ultrasoniques sans système de refroidissement ont été ajoutés (pour rappel ces travaux concernent le même cuivre que celui étudié dans ce travail de thèse et les éprouvettes ont été préparées de façon identique). Ces essais ont été faits sur deux éprouvettes sollicitées par des blocs de chargement de 10^6 cycles comme dans notre protocole expérimental. Les résultats pour les essais ultrasoniques montrent qu'au-delà de 85 MPa la dispersion sur les mesures de température devient importante et l'échauffement s'accroît significativement (le chevauchement des courbes avec et sans système de refroidissement indique qu'au-delà de ce niveau de contrainte le système de refroidissement n'est plus assez performant). Cet échauffement révèle une activité plastique importante. Les mesures de température à 100 Hz et à 20000 Hz avec refroidissement montrent qu'en dessous de 85 MPa l'échauffement des éprouvettes est suffisamment modéré pour pouvoir considérer que les essais de fatigue sont faits à température ambiante et de façon quasi-isotherme.

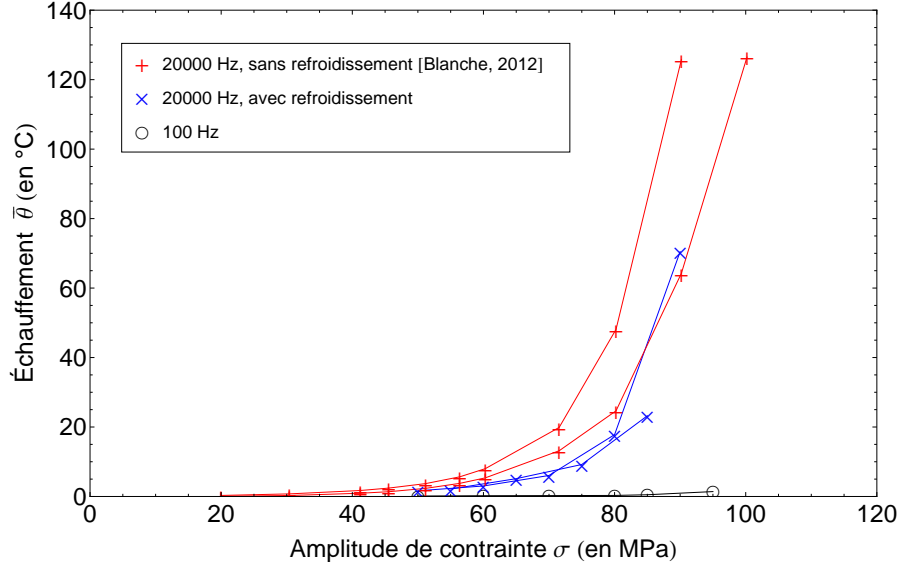


Figure 4.12 – Échauffement des éprouvettes après essais de fatigue de 10^6 cycles pour différentes fréquences et amplitudes de contrainte.

4.3.4 Calcul de l'énergie dissipée au cours d'un cycle

L'objectif des mesures de température est également de calculer l'énergie dissipée au cours d'un cycle à partir d'un modèle 0D. Ces calculs d'énergies dissipées sont alimentés par des mesures de température et permettent par une approche énergétique d'étudier le comportement de matériaux soumis à des sollicitations mécaniques [Chrysochoos, 1995] [Mareau et al., 2009]. La méthode de calcul est détaillée ci-après pour une éprouvette de fatigue de section variable. Le bilan d'énergie pour une tranche d'éprouvette d'épaisseur dx centrée à l'abscisse x s'écrit (il s'agit de l'équation de la chaleur en 1D) :

$$\rho c \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial t} = \lambda \left(\frac{S'(x)}{S(x)} \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial x} + \frac{\partial^2 \theta(x, t)}{\partial x^2} \right) - \frac{2h(e + 2r(x))}{S(x)} \theta(x, t) + s_{\text{the}}(x, t) + d_1(x, t) \quad (4.1)$$

avec c la capacité thermique massique du matériau (dans le cas du cuivre $c = 393 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$), λ sa conductivité thermique, e l'épaisseur de l'éprouvette, $r(x)$ sa demi-largeur, $S(x) = 2er(x)$ sa section, S' la dérivée de la fonction S , h le coefficient de convection thermique entre l'éprouvette et le milieu environnant, s_{the} le terme de couplage thermoélastique (positif ou négatif) et d_1 la dissipation intrinsèque (en W.m^{-3} et toujours positive ou nulle). Cette dissipation intrinsèque est supposée égale à la dissipation viscoplastique. Le membre de gauche de l'équation (4.1) représente la puissance calorifique volumique associée à la variation de température. Le premier terme du membre de droite représente les échanges par conduction, le second les échanges par convection (voir

figure 4.13) et les deux derniers les sources de chaleur. Les échanges par rayonnement sont négligés.

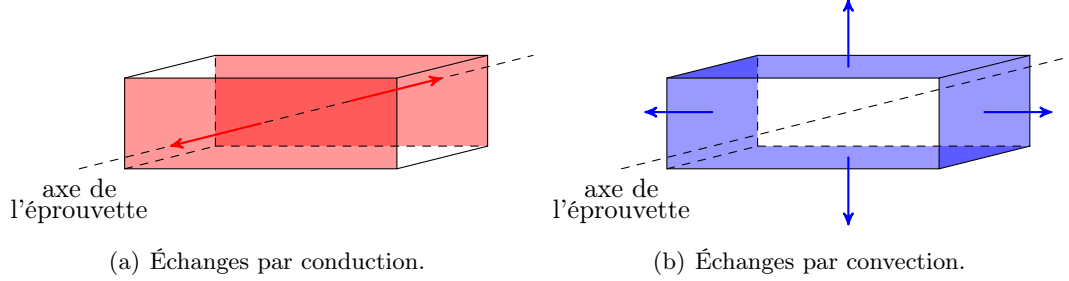


Figure 4.13 – Échanges par conduction et convection pour une tranche d'éprouvette.

Sous certaines hypothèses cette équation peut être simplifiée :

- tout d'abord rappelons que la zone d'étude pour les mesures de température est un carré de côté $L = 2 \text{ mm}$ situé au centre des éprouvettes. Comme le profil des éprouvettes est circulaire, au voisinage du centre des éprouvettes le terme $r(x)$ peut être supposé constant et sera noté r .
- en supposant un champ de sources homogène sur la zone d'étude, il a été montré que $\theta(x, t) \simeq f(t) \cos(\omega_0 x)$ avec ω_0 une constante et $f(t)$ une fonction du temps [Chrysochoos, 1995]. En conséquence : $\frac{\partial^2 \theta(x, t)}{\partial x^2} = -\omega_0^2 \theta(x, t)$.
- afin de se ramener à un problème 0D (sans variable spatiale), les termes de l'équation (4.1) sont moyennés sur la zone d'étude :

$$\bar{\bullet}(t) = \frac{1}{L} \int_{-\frac{L}{2}}^{\frac{L}{2}} \bullet(x, t) dx$$

Ainsi l'équation (4.1) s'écrit :

$$\frac{d\bar{\theta}(t)}{dt} + \frac{\bar{\theta}(t)}{\tau_{0D}} = \frac{\bar{d}_1(t)}{\rho c} + \frac{\bar{s}_{\text{the}}(t)}{\rho c} \text{ avec } \tau_{0D} = \left(\frac{\lambda \omega_0^2}{\rho c} + \frac{2h(2r + e)}{2\rho c r e} \right)^{-1} \quad (4.2)$$

Dans la suite, on s'intéresse aux grandeurs moyennes au cours d'un cycle. Les termes de l'équation (4.2) sont moyennés sur un cycle :

$$\tilde{\bullet}(t) = \frac{1}{T} \int_t^{t+T} \bullet(t) dt$$

où $T = \frac{1}{f}$ représente la durée d'un cycle. L'équation (4.2) devient :

$$\frac{d\tilde{\theta}(t)}{dt} + \frac{\tilde{\theta}(t)}{\tau_{0D}} = \frac{\tilde{d}_1(t)}{\rho c} \quad (4.3)$$

Le terme de source thermoélastique n'intervient plus car sa valeur moyenne au cours d'un cycle est nulle [Boulanger et al., 2004].

En régime thermique stabilisé $\frac{d}{dt} = 0$ et les grandeurs $\tilde{\theta}(t)$ ne dépendent plus du temps, ces grandeurs seront alors notées $\tilde{\theta}_s$ (pour stabilisé). La dissipation moyenne au cours d'un cycle \tilde{d}_{1s} se déduit alors de la mesure de l'échauffement en régime thermique stabilisé $\tilde{\theta}_s$:

$$\tilde{d}_{1s} = \rho c \frac{\tilde{\theta}_s}{\tau_{0D}} \quad (4.4)$$

L'énergie dissipée au cours d'un cycle vaut :

$$w_d(t) = \int_t^{t+T} \bar{d}_1(t) dt = T \tilde{d}_1(t)$$

Soit en régime thermique stabilisé :

$$w_d = T \tilde{d}_{1s} = \frac{\tilde{d}_{1s}}{f} \quad (4.5)$$

L'énergie dissipée au cours d'un cycle s'exprime en $J.m^{-3}$, elle est souvent divisée par ρc pour être exprimée en $^{\circ}C$.

Les formules (4.4) et (4.5) permettent de calculer la dissipation intrinsèque moyenne au cours d'un cycle ainsi que l'énergie dissipée au cours d'un cycle pour la zone d'étude en régime thermique stabilisé. Les paramètres matériau ρ et c sont connus, il ne reste donc qu'à identifier la constante de temps τ_{0D} qui sera simplement notée τ par la suite. Cette constante est représentative des échanges par conduction et convection. Elle est déterminée quand le chargement n'est plus appliqué lors du retour à l'équilibre thermique. Dans ce cas l'équation (4.3) se réduit à :

$$\frac{d\tilde{\theta}(t)}{dt} + \frac{\tilde{\theta}(t)}{\tau} = 0$$

Cette équation a pour solution :

$$\tilde{\theta}(t) = \tilde{\theta}_s \exp\left(\frac{-t}{\tau}\right)$$

La constante τ se déduit donc de la pente de la courbe $\tilde{\theta}(t)$ au début du retour à l'équilibre thermique après que l'essai ait été arrêté. Pour une amplitude de contrainte donnée, les courbes $\bar{\theta}(t)$ et $\tilde{\theta}(t)$ sont considérées très voisines c'est pourquoi en pratique $\tilde{\theta}_s$ et τ seront identifiés sur les courbes $\bar{\theta}(t)$ présentées dans les sections précédentes (voir figure 4.14). Il faut souligner que la constante τ doit être identifiée après chaque essai au début du retour à l'équilibre thermique car c'est là que les échanges thermiques sont représentatifs de ceux qui se produisent au cours des essais. En effet, à la fin du retour à l'équilibre thermique la température de l'éprouvette tend à être uniforme et les échanges par conduction sont faibles alors que l'on peut s'attendre à des échanges importants en

cours d'essai. Les valeurs de τ identifiées à l'issue de chaque essai sont très faibles (de l'ordre de $1 \pm 0,3$ s) mettant en évidence un retour à l'équilibre thermique très rapide car le cuivre est un très bon conducteur de la chaleur. Pour identifier les valeurs de τ avec précision il a donc été nécessaire d'augmenter la fréquence d'acquisition de la caméra infrarouge lors du retour à l'équilibre thermique.

Il faut souligner que pour pouvoir calculer la dissipation ou l'énergie dissipée au cours d'un cycle, les échauffements mesurés doivent être stabilisés ou quasi-stabilisés à 10^6 cycles. Ceci exclut l'essai à 20000 Hz pour une amplitude de contrainte de 90 MPa (voir figure 4.10) ainsi que les essais pour lesquels la rupture survient avant 10^6 cycles.

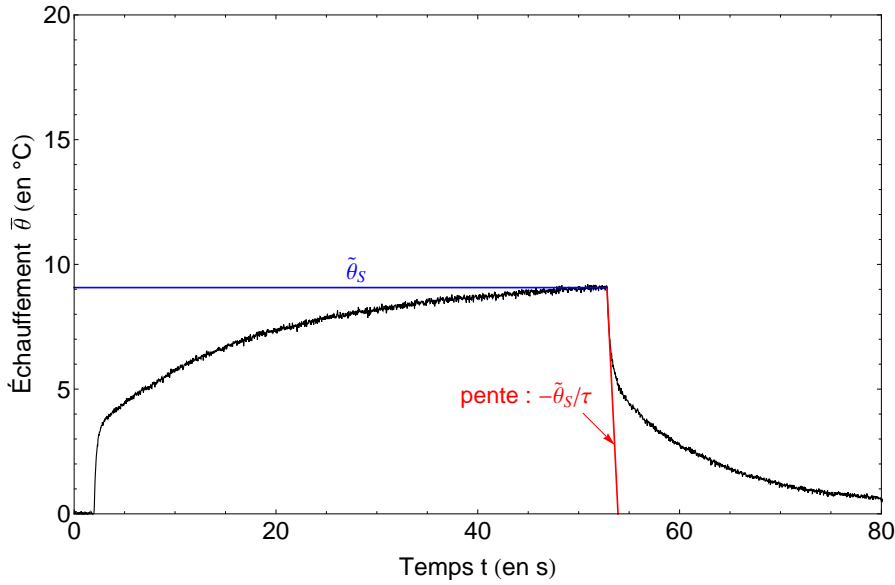


Figure 4.14 – Identification de $\tilde{\theta}_s$ et de τ sur la courbe de l'échauffement d'une éprouvette pour le calcul de la dissipation intrinsèque moyenne au cours d'un cycle et de l'énergie dissipée au cours d'un cycle w_d .

La figure 4.15 montre l'évolution de l'énergie dissipée au cours d'un cycle $\frac{w_d}{\rho c}$ avec l'amplitude de contrainte pour les essais réalisés à 100 Hz ainsi qu'à 20000 Hz avec système de refroidissement. Ces énergies ont été calculées après 10^6 cycles. Ces résultats ont été confrontés à ceux de [Blanche, 2012] obtenus pour des essais réalisés à 50 Hz et à 20000 Hz sans système de refroidissement. Le chargement a été appliqué sous forme de blocs de 10^6 cycles pour lesquels l'amplitude de contrainte augmente successivement (comme dans notre protocole expérimental). Cinq éprouvettes ont été sollicitées à 50 Hz et deux à 20000 Hz (ce sont les mêmes essais que ceux présentés dans la section précédente).

Pour l'ensemble des essais réalisés, deux régimes dissipatifs peuvent être distingués. Les amplitudes de contrainte marquant le passage d'un régime à l'autre se situent dans un intervalle de 60 à 75 MPa. Le premier régime est observé pour des amplitudes de contrainte

inférieures à environ 65 MPa et est caractérisé par des énergies dissipées au cours d'un cycle qui évoluent peu avec l'amplitude de contrainte (moins de 5.10^{-5} °C/MPa). Le second est observé pour des amplitudes de contrainte supérieures à environ 65 MPa et est caractérisé par des énergies dissipées au cours d'un cycle qui évoluent fortement avec l'amplitude de contrainte (environ 2.10^{-4} °C/MPa). De plus, cette figure montre que l'énergie dissipée au cours d'un cycle ne dépend pas fortement de la fréquence de sollicitation compte tenu de la dispersion des résultats pour une fréquence donnée. Néanmoins, on constate que l'énergie dissipée au cours d'un cycle pour une amplitude de contrainte donnée est légèrement plus élevée à basses fréquences qu'à haute fréquence. Par exemple pour une amplitude de contrainte de 85 MPa, l'énergie dissipée au cours d'un cycle à 100 Hz est environ deux à trois fois plus élevée que celle à 20000 Hz avec système de refroidissement.

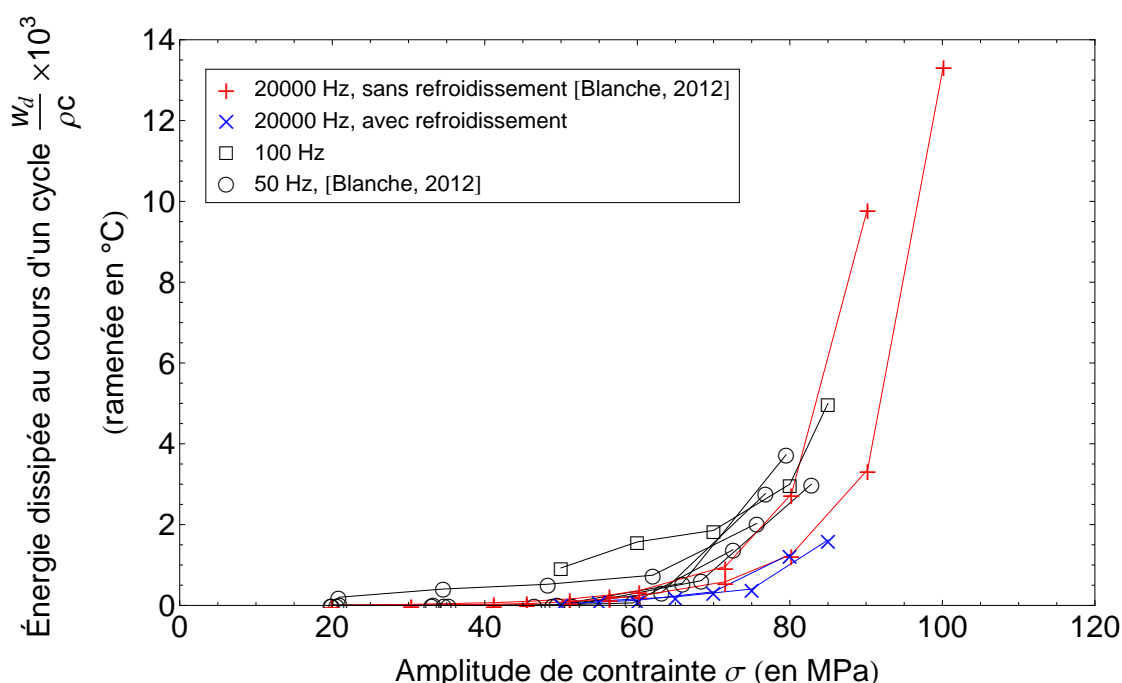


Figure 4.15 – Énergie dissipée au cours d'un cycle pour différentes fréquences et amplitudes de contrainte. L'énergie dissipée au cours d'un cycle est calculée après 10^6 cycles quand l'échauffement des éprouvettes est stabilisé ou quasi-stabilisé.

4.3.5 Effet de la température

Pour mettre en évidence l'effet de la température sur l'énergie dissipée au cours d'un cycle, la figure 4.16 présente l'évolution de l'énergie dissipée au cours d'un cycle avec l'amplitude de contrainte pour les essais de fatigue ultrasonique avec et sans système de refroidissement. Compte tenu de la dispersion des résultats, cette figure montre que l'énergie dissipée au cours d'un cycle ne dépend pas fortement de la température.

Cependant, l'énergie dissipée au cours d'un cycle pour une amplitude de contrainte donnée est légèrement plus élevée quand la température augmente. Par exemple pour une amplitude de contrainte de 85 MPa, l'énergie dissipée au cours d'un cycle sans système de refroidissement est 2,6 fois plus élevée qu'avec système de refroidissement. À cette amplitude de contrainte, l'échauffement avec système de refroidissement vaut 23 °C alors que sans système de refroidissement il vaut en moyenne 66 °C.

Ces résultats montrent que l'échauffement des éprouvettes au cours des essais de fatigue a une légère influence sur l'énergie dissipée au cours d'un cycle. Ainsi, le faible écart observé entre la courbe de l'énergie dissipée au cours d'un cycle à 100 Hz et celle à 20000 Hz est dû à un effet de la fréquence mais aussi à un effet de la température puisque l'échauffement des éprouvettes à 20000 Hz est plus conséquent que celui à 100 Hz (23 °C à 20000 Hz, 0,5 °C à 100 Hz pour une amplitude de contrainte de 85 MPa). L'effet de fréquence mis en évidence à la section précédente est donc couplé à l'effet de la température et est en partie masqué par l'effet de la température. Ces deux effets sont difficiles à découpler.

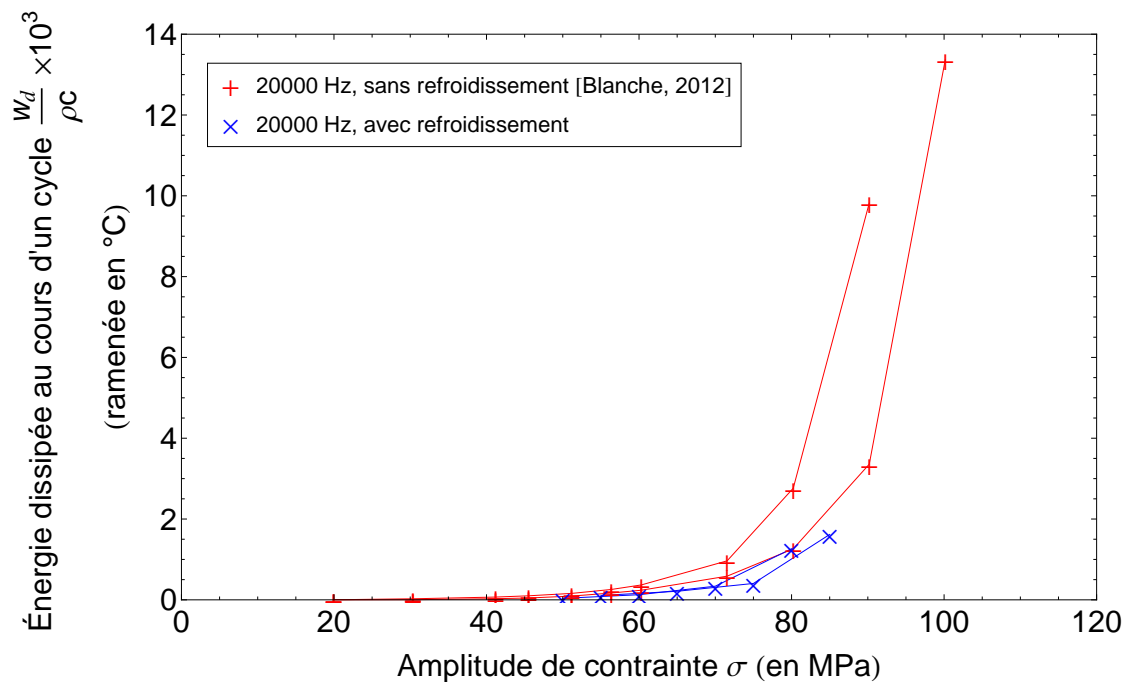


Figure 4.16 – Énergie dissipée au cours d'un cycle pour les essais de fatigue ultrasonique avec et sans système de refroidissement. L'énergie dissipée au cours d'un cycle est calculée après 10^6 cycles quand l'échauffement des éprouvettes est stabilisé ou quasi-stabilisé.

4.4 Estimation des amplitudes de déformation plastique

Dans les domaines de la fatigue HCF et VHCF les déformations plastiques macroscopiques sont très faibles et le comportement des éprouvettes à l'échelle macroscopique est considéré élastique (c'est par exemple l'hypothèse sur laquelle se fondent le dimensionnement des éprouvettes de fatigue ultrasonique et les calculs de contraintes lors des calibrations des machines de fatigue). Les déformations résiduelles mesurées après essais de fatigue sont inférieures à 0,02 % ce qui montre que cette hypothèse est légitime. Bien que très faibles, les déformations plastiques existent et en régime stabilisé (au sens stabilisation mécanique) l'éprouvette peut-être considérée à l'état accomodé. Lors de l'accomodation, les contraintes, les déformations totales et les déformations plastiques tendent à devenir périodiques. Dans le cadre de nos essais nous supposons qu'en régime stabilisé leurs valeurs moyennes sont nulles car le rapport de charge vaut $R = -1$. Sous ces hypothèses un cycle de fatigue stabilisé est représenté sur la figure 4.17.

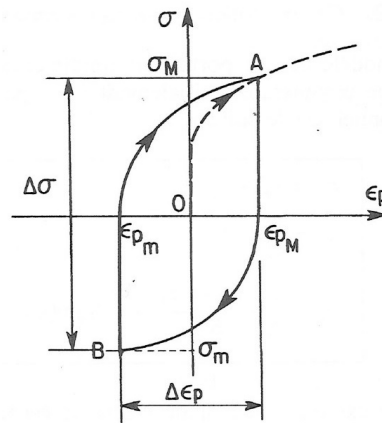


Figure 4.17 – Cycle stabilisé en fatigue [Lemaitre et al., 2009].

Les amplitudes de déformation plastique peuvent être estimées à partir des mesures de température [Zettl et al., 2006] [Stanzl-Tschegg et al., 2007]. La méthode utilisée ici s'inspire de celle décrite dans les références précédentes et s'appuie directement sur les calculs d'énergie dissipée au cours d'un cycle faits précédemment. L'aire du cycle stabilisé représenté figure 4.17 correspond à la somme de l'énergie dissipée et de l'énergie stockée dans le matériau (dans les réseaux de dislocations par exemple) [Lemaitre et al., 2009]. En considérant que l'aire du cycle stabilisé correspond à l'énergie dissipée w_d (on néglige l'énergie stockée) et en assimilant le cycle stabilisé à une ellipse de demi-grand axe l'amplitude de contrainte σ et de demi-petit axe l'amplitude de déformation plastique ϵ^p il est possible d'obtenir une borne inférieure de l'amplitude de déformation plastique :

$$\epsilon^p = \frac{w_d}{\pi \sigma}$$

Il faut signaler que d'une part cette borne correspond à une valeur moyenne macroscopique puisque localement l'amplitude de déformation plastique peut être beaucoup plus

élevée en raison des concentrations de contraintes induites par la microstructure. D'autre part, les travaux de [Blanche, 2012] ont montré que le rapport $\frac{\omega_s}{\omega_d}$ (où ω_s représente l'énergie stockée) diminue quand l'amplitude de contrainte augmente, c'est-à-dire que la part d'énergie stockée est moins importante quand l'amplitude de contrainte augmente. L'erreur sur l'estimation de ϵ^p diminue donc quand l'amplitude de contrainte augmente.

La méthode décrite précédemment a été appliquée pour estimer les amplitudes de déformation plastique au cours des essais de fatigue réalisés à 100 Hz ainsi qu'à 20000 Hz avec système de refroidissement. Les amplitudes de déformation plastique ont également été calculées pour les essais réalisés par Antoine BLANCHE à 50 Hz ainsi qu'à 20000 Hz sans système de refroidissement. Les résultats sont présentés sur la figure 4.18. Les conclusions sont analogues à celles faites pour les énergies dissipées au cours d'un cycle. Pour l'ensemble des essais deux régimes peuvent être distingués. La transition entre ces deux régimes se situe autour de 65 MPa. Pour le premier régime les amplitudes de déformation plastique évoluent peu avec l'amplitude de contrainte (moins de $5 \cdot 10^{-7} \text{ MPa}^{-1}$) tandis que pour le second régime les amplitudes de déformation plastique évoluent fortement avec l'amplitude de contrainte (environ $2 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$). Néanmoins, les amplitudes de déformation plastique restent assez faibles ce qui permet de justifier l'hypothèse d'un comportement élastique à l'échelle macroscopique. Les amplitudes de déformation plastique ne dépendent pas fortement de la fréquence de sollicitation étant donné la dispersion des résultats. Ces amplitudes de déformation plastique sont légèrement plus élevées à basses fréquences qu'à haute fréquence ; pour une amplitude de contrainte de 85 MPa l'amplitude de déformation plastique à 100 Hz est environ deux à trois fois plus élevée que celle à 20000 Hz avec système de refroidissement.

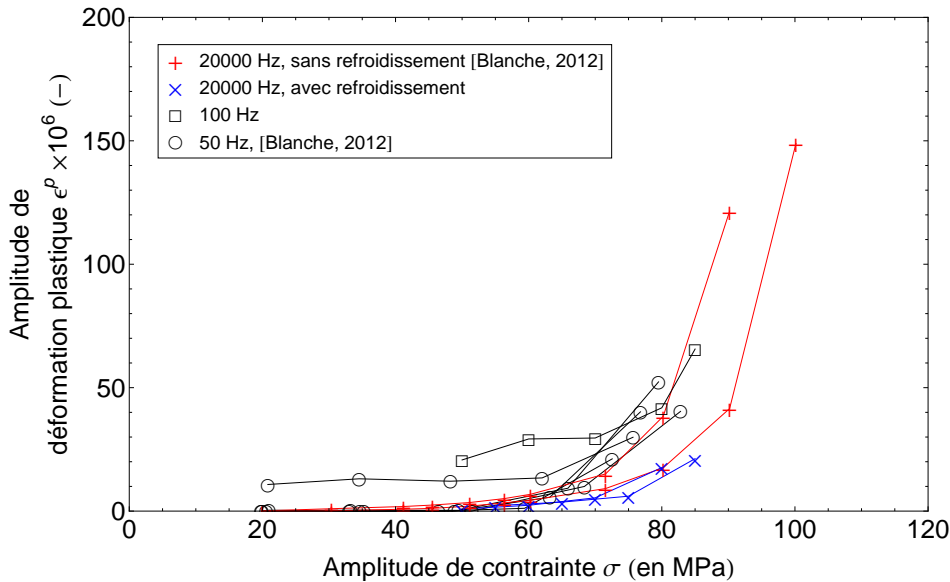


Figure 4.18 – Estimation des amplitudes de déformation plastique pour différentes fréquences et amplitudes de contrainte.

4.5 Discussion

L'analyse de l'énergie dissipée au cours d'un cycle permet de fournir un premier éclairage pour comprendre l'effet de la fréquence. En effet, cette énergie est la signature macroscopique de phénomènes dissipatifs microscopiques. Dans le cas du cuivre pur polycristallin, il a été montré précédemment que d'une part l'énergie dissipée au cours d'un cycle est un bon indicateur de l'activité plastique observée en surface après essais de fatigue (voir section 4.3.1) et d'autre part que cette énergie ne dépend pas fortement de la fréquence de sollicitation (voir section 4.3.4). Ces résultats permettent de conclure que pour une amplitude de contrainte fixée, l'activité plastique est globalement du même ordre de grandeur à haute et basses fréquences. Néanmoins, l'énergie dissipée au cours d'un cycle est légèrement plus élevée à basses fréquences qu'à haute fréquence. Ces calculs d'énergies ont été faits pour un nombre de cycles de 10^6 c'est-à-dire qu'ils concernent très majoritairement la phase d'amorçage de fissures. Au cours de la première partie du chapitre (voir section 4.2) il a pourtant été suggéré que l'effet de fréquence existe durant cette phase. Cette apparente contradiction suggère l'existence de mécanismes à l'échelle locale dépendants de la fréquence de sollicitation.

4.6 Principales conclusions du chapitre

Les principales conclusions du chapitre sont les suivantes :

- le comportement en fatigue du cuivre pur polycristallin dans des conditions quasi-isothermes et à température ambiante est dépendant de la fréquence de sollicitation ; les valeurs de résistance à la fatigue à 20000 Hz sont supérieures à celles à 10, 20 ou 100 Hz.
- l'énergie dissipée au cours d'un cycle est un bon indicateur de l'activité plastique observée en surface pour un matériau sollicité en fatigue.
- l'activité plastique est globalement du même ordre de grandeur à haute et basses fréquences.
- en raison de l'échauffement des éprouvettes, plus élevé à haute fréquence qu'à basse fréquence, il est difficile de découpler l'effet de la fréquence de l'effet de la température sur le comportement en fatigue. L'effet de la fréquence est en partie masqué par l'effet de la température.

Pour approfondir l'analyse il est nécessaire de s'intéresser plus précisément aux manifestations de la microplasticité en surface ; c'est l'objet du chapitre 5.

Chapitre 5

Comparaison des mécanismes de microplasticité en fatigue conventionnelle et ultrasonique

Sommaire

5.1	Introduction	152
5.2	Caractérisation des bandes de glissement	152
5.2.1	Morphologie et localisation des bandes de glissement	153
5.2.2	Critères d'apparition des bandes de glissement	157
5.3	Seuils d'apparition des premières bandes de glissement . . .	159
5.3.1	Seuils d'apparition des premières bandes de glissement à basse fréquence – Comparaison basse et haute fréquence	159
5.3.2	Morphologie et localisation des premières bandes de glissement à basse fréquence	162
5.4	Effets de la fréquence et de la température sur le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles .	165
5.4.1	Essais à basse fréquence	168
5.4.2	Essais ultrasoniques avec système de refroidissement	171
5.4.3	Comparaison des résultats à basse et haute fréquence	175
5.4.4	Essais ultrasoniques sans système de refroidissement	177
5.4.5	Comparaison des résultats pour les essais ultrasoniques avec et sans système de refroidissement	179
5.5	Répartition de la microplasticité dans les grains – Calculs de désorientation intragranulaire	181
5.6	Structures de dislocations en fatigue	186
5.7	Principales conclusions du chapitre	189

5.1 Introduction

L'approche énergétique menée au chapitre 4, section 4.3.4 a montré que la fréquence et la température ont des effets assez faibles sur les valeurs de l'énergie dissipée au cours d'un cycle. Ces effets sur les valeurs de l'énergie dissipée ne sont pas d'une amplitude assez grande pour expliquer l'effet de fréquence constaté sur les courbes de WÖHLER. Dans la continuité, ce chapitre propose d'étudier les mécanismes de microplasticité à différentes fréquences. Pour cela les axes d'étude développés sont les suivants :

- la caractérisation des bandes de glissement du point de vue de leurs morphologies en surface (dimensions, formes) et de leurs positions en lien avec la microstructure,
- les seuils d'apparition des bandes de glissement en termes d'amplitude de contrainte et de nombre de cycles,
- le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles,
- la répartition de la microplasticité dans les grains,
- les structures de dislocations.

5.2 Caractérisation des bandes de glissement

Afin de comparer les morphologies des bandes de glissement et leur localisation dans la microstructure à 100 et à 20000 Hz, des essais de fatigue ont été réalisés pour des amplitudes de contrainte communes et pour un nombre de cycles de 10^6 . Deux raisons justifient le choix de ce nombre de cycles :

- l'objectif de ces essais n'est pas d'aller jusqu'à la rupture des éprouvettes mais de caractériser les bandes de glissement en surface,
- ce nombre de cycles est un bon compromis au regard des durées des essais ; un essai à 100 Hz dure environ 3 h contre 50 s à 20000 Hz.

Les amplitudes de contrainte ont été fixées principalement à 65, 75 et 85 MPa et quelques essais complémentaires ont été faits à 45, 55, 90, 100 et 110 MPa. Les morphologies des bandes de glissement et leurs positions au sein de la microstructure ont été étudiées par MEB et EBSD. L'ensemble de ces observations ont été faites dans une zone de $1,5 \times 1,5$ mm² située au centre des éprouvettes et sur laquelle l'amplitude de contrainte peut être supposée uniforme (voir chapitre 2, figure 2.22).

5.2.1 Morphologie et localisation des bandes de glissement

Des observations de bandes de glissement sont présentées figures 5.1 et 5.2. Ces figures se composent de photos prises au MEB et de cartographies issues d'analyses EBSD. Les analyses EBSD n'ont pas été faites pour tous les niveaux de contrainte. Lorsqu'elles ont été faites, ce sont les cartographies de l'indice de qualité et les cartographies d'orientations qui sont présentées car contrairement aux photos prises au MEB elles présentent l'avantage de pouvoir visualiser les positions des bandes de glissement au sein de la microstructure. Pour étudier la morphologie des bandes de glissement, des zones contenant un nombre conséquent de bandes ont été sélectionnées. Une analyse quantitative portant sur la fraction de surface recouverte par des bandes sera présentée par la suite à la section 5.4.

Ces figures montrent que les morphologies des bandes de glissement observées sur les éprouvettes sollicitées à 100 et à 20000 Hz sont similaires. En effet, pour les plus faibles amplitudes de contrainte (de 45 à 65 MPa), les bandes de glissement sont majoritairement droites et esseulées (voir figure 5.1). L'analyse EBSD révèle qu'elles sont fréquemment situées le long des joints de grains (voir figure 5.2a) et plus précisément le long des joints de macles. Ces bandes de glissement correspondent à des bandes de type II d'après la classification des différents types de bandes faite dans les travaux [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] à partir d'observations de surface après essais de fatigue ultrasonique (les types de bandes I, II et III ont été présentés dans le chapitre 1, section 1.6.2). Quand l'amplitude de contrainte augmente (autour de 75 MPa), des bandes de type II sont toujours observées et d'autres bandes droites et parallèles entre elles se développent à l'intérieur des grains (voir figures 5.2b et c). Ces dernières constituent les prémisses des bandes de type I qui contrairement aux bandes de type II sont intragranulaires et traversent presque entièrement un grain (voir chapitre 1, section 1.6.2). Pour les amplitudes de contrainte les plus élevées (85 MPa et plus) des bandes de type I et II sont observées mais le type I est prédominant (voir figures 5.2d, e et f). Des bandes de type III ont également été observées sur des éprouvettes sollicitées à 100 et 20000 Hz pour des amplitudes de contrainte supérieures à 65 MPa. Les bandes de type III n'ont pas été étudiées plus précisément dans ce travail de thèse car elles ne correspondent pas a priori au site d'amorçage de fissures. En effet, ces bandes ont un relief beaucoup plus faible que les bandes de type I et II et pour les amplitudes de contrainte appliquées ce type de bandes n'est jamais observé seul.

Les observations de bandes de glissement pour une fréquence d'essai de 100 Hz sont en accord avec celles de la littérature pour des fréquences d'essais de l'ordre de 100 Hz ou inférieures. D'une part, des PSB observées pour du cuivre monocristallin et polycristallin présentent les mêmes caractéristiques que les bandes de type I [Mughrabi, 1978] [Polák & Vašek, 1994] [Creteghy & Saxena, 2001]. D'autre part, des bandes de glissement situées le long des joints de grains/macles similaires à des bandes de type II ont également été mises en évidence à des fréquences conventionnelles [Polák & Vašek, 1994]. Les observations de bandes de glissement pour une fréquence d'essai de 20000 Hz sont également en accord avec celles de la littérature et notamment avec les travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] menés à 20000 Hz.

Des observations à plus petite échelle ont été faites au MEB afin de déterminer les largeurs des bandes de glissement. Il en résulte que les bandes de glissement observées sur les éprouvettes sollicitées à 100 et à 20000 Hz ont sensiblement la même largeur. Celle-ci est de l'ordre de $1\ \mu\text{m}$ pour la plage d'amplitude de contrainte étudiée.

Il faut signaler que l'indexation sur les bandes de glissement est plus difficile pour les éprouvettes sollicitées à 100 Hz que pour celles sollicitées à 20000 Hz (voir annexe C). Ce phénomène pourrait être expliqué par un relief des bandes plus prononcé après essais de fatigue à 100 Hz. Des observations par AFM auraient permis de confirmer cette hypothèse.

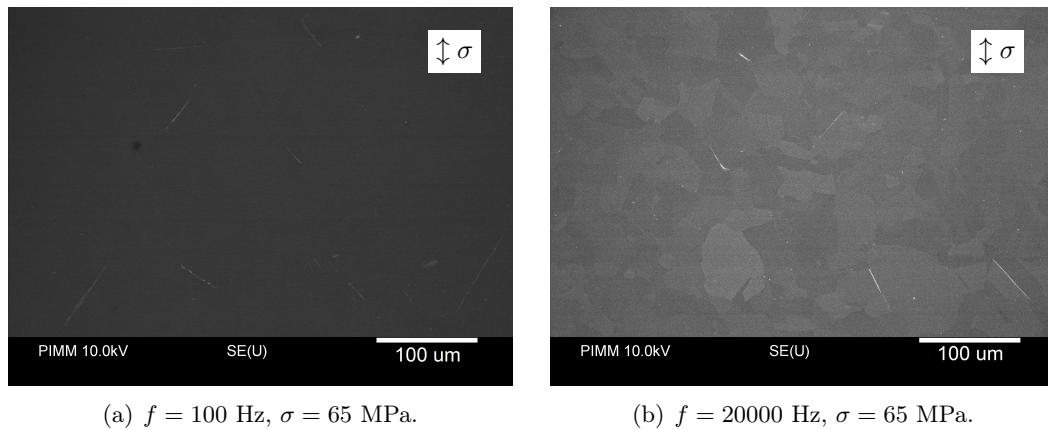
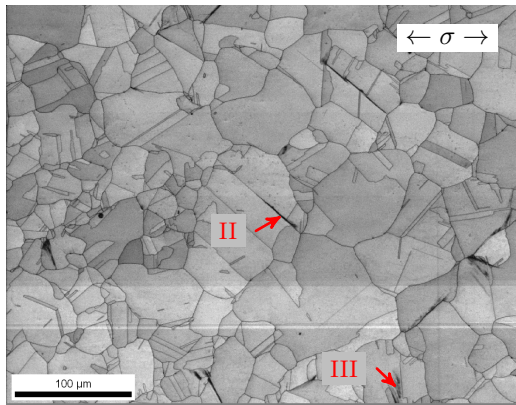
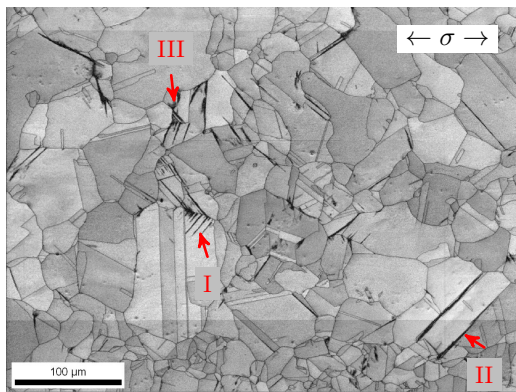
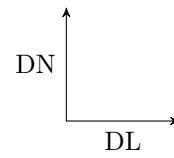


Figure 5.1 – Bandes de type II observées après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz pour une amplitude de contrainte de 65 MPa.

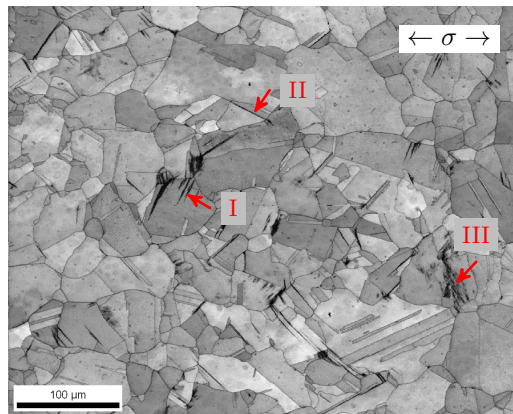


(a) $f = 100$ Hz, $\sigma = 65$ MPa (taille : $439 \mu\text{m} \times 342 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

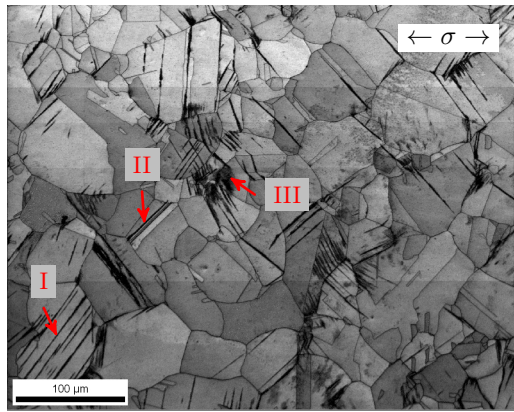
Repérage pour toutes
les cartographies :



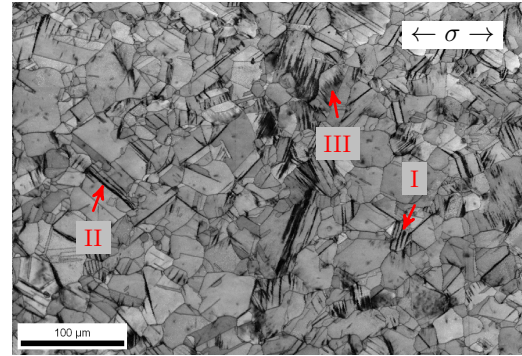
(b) $f = 100$ Hz, $\sigma = 75$ MPa (taille : $480 \mu\text{m} \times 362 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).



(c) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 75$ MPa (taille : $500 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

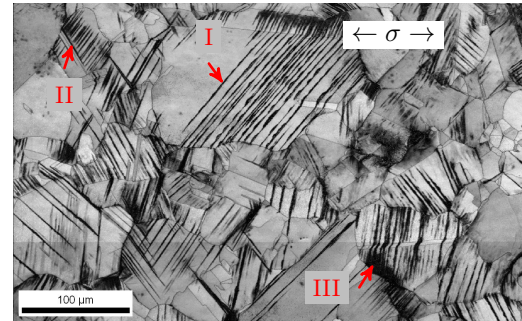
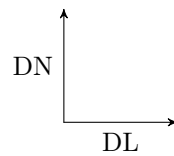


(d) $f = 100$ Hz, $\sigma = 85$ MPa (taille : $470 \mu\text{m} \times 372 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).



(e) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 85$ MPa (taille : $495 \mu\text{m} \times 340 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

Repérage pour toutes
les cartographies :



(f) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 100$ MPa (taille : $475 \mu\text{m} \times 296 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

Figure 5.2 – Cartographies EBSD en indice de qualité montrant les bandes de glissement (en noir) après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz pour différentes amplitudes de contrainte. Ces cartographies ont été réalisées sur la face normale à DT. Les sigles I, II et III désignent respectivement des bandes de type I, II et III.

5.2.2 Critères d'apparition des bandes de glissement

Il a été vu précédemment que les bandes de type I apparaissent pour des amplitudes de contrainte plus élevées que les bandes de type II.

Les amplitudes de contrainte de l'ordre de 85 MPa sont suffisantes pour activer des systèmes de glissement et les mécanismes de formation des bandes au sein des grains ce qui justifie que les bandes de type I soient prédominantes à ces niveaux de contrainte. Pour les bandes de type I, il a été vérifié dans ce travail de thèse que dans la majorité des cas la trace de la bande de glissement en surface correspond à la trace du plan du système de glissement primaire au sens où ce système est celui qui présente le facteur de SCHMID maximal. Le facteur de SCHMID est calculé en supposant que la contrainte est homogène dans le polycristal (modèle statique de BATDORF et BUDIANSKY), c'est-à-dire que l'effet de l'anisotropie élastique cristalline est négligée (l'anisotropie élastique cristalline est pourtant élevée dans le cuivre). Ce critère d'apparition pour les bandes de type I a été vérifié à basse et à haute fréquence, c'est-à-dire pour 100 Hz et pour 20000 Hz. Ce critère a également été mis en évidence pour du cuivre pur polycristallin par [Agbessi, 2013] pour une fréquence d'essai de 20 Hz.

Les amplitudes de contrainte de l'ordre de 65 MPa ne sont pas suffisantes pour activer les mécanismes de formation des bandes à l'intérieur des grains. Ces mécanismes s'activent dans les zones où la microstructure induit des concentrations de contrainte. Dans le cas des matériaux ductiles monophasés ces zones se situent au niveau des joints de grains et de macles ce qui justifie l'apparition des bandes de type II. Des calculs éléments finis prenant en compte l'élasticité cubique des grains ont permis d'accéder aux champs de contraintes locaux et de comprendre l'activation préférentielle des systèmes de glissement à proximité et le long des joints de grains et de macles [Phung, 2012] [Phung et al., 2013]. Il a été vérifié dans ce travail de thèse que dans la grande majorité des cas les bandes de type II sont situées le long des joints de macles. Ce critère d'apparition pour les bandes de type II a été vérifié à 100 et à 20000 Hz. Cependant, quand l'amplitude de contrainte augmente le nombre de bandes formées le long des joints de macles diminue. À titre d'exemple la figure 5.3 donne le rapport des bandes de glissement formées le long d'un joint de macle (désorientation de 60° autour d'un axe $\{111\}$) parmi celles formées le long d'un joint de grains (désorientation quelconque). À 65 MPa, sur 20 bandes formées le long d'un joint de grains, 19 sont formées le long d'un joint de macle soit un rapport de 95 %. Ce rapport diminue quand l'amplitude de contrainte augmente et vaut 63 % à 90 MPa. Il n'a pas été déterminé si les bandes de glissement se situent exactement sur le joint de macle ou dans l'un des deux grains maclés. Des analyses EBSD très locales auraient permis de répondre à cette question.

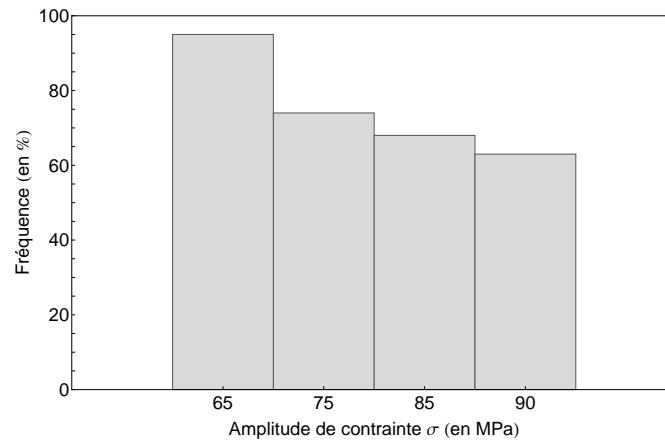


Figure 5.3 – Rapports des bandes de type II formées le long d'un joint de macles parmi celles formées le long d'un joint de grains après essais de fatigue à 20000 Hz. Ces rapports ont été calculés pour des bandes situées dans une zone d'environ 1 mm^2 située au centre des éprouvettes. Il a été considéré que l'angle de désorientation d'un joint de macles est compris entre 58° et 62° .

En conclusion, cette première partie a montré que les morphologies et la localisation au sein de la microstructure des bandes de glissement observées après essais de fatigue à 100 et 20000 Hz sont assez similaires. À ces deux fréquences d'essai, les trois types de bandes I, II et III sont observés dans le même intervalle d'amplitudes de contrainte. Afin de comprendre l'origine de l'effet de fréquence sur les courbes de WÖHLER, les seuils d'apparition des bandes de glissement en termes d'amplitude de contrainte et de nombre de cycles sont étudiés dans la section suivante.

5.3 Seuils d'apparition des premières bandes de glissement

L'objet de cette partie est d'étudier les seuils d'apparition des premières bandes de glissement à basse et haute fréquence. Il faut rappeler que ces seuils dépendent de l'amplitude de contrainte et du nombre de cycles (voir chapitre 1, section 1.6.1). Les seuils à haute fréquence ont été déterminés dans les travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] menés pour une fréquence d'essai de 20000 Hz. Dans ce travail de thèse ce sont donc les seuils à basse fréquence qui ont été déterminés ; celle-ci a été fixée à 100 Hz. Pour que les seuils d'apparition des premières bandes à 100 et 20000 Hz soient comparables ceux-ci ont été déterminés de la même manière ; pour une amplitude de contrainte donnée, c'est le nombre de cycles nécessaire à la formation d'au moins une bande sur l'une des deux faces qui est pris en compte.

5.3.1 Seuils d'apparition des premières bandes de glissement à basse fréquence – Comparaison basse et haute fréquence

Pour déterminer les seuils d'apparition des premières bandes de glissement à 100 Hz des essais de fatigue ont été réalisés sur cinq éprouvettes sollicitées respectivement à des amplitudes de contrainte de 45, 55, 65, 75 et 85 MPa. Ces essais ont été interrompus afin d'observer régulièrement la surface des éprouvettes par microscopie optique (voir chapitre 2, section 2.4.4). À chaque interruption les deux faces des éprouvettes sont observées. Ainsi, pour une amplitude de contrainte donnée il est possible d'encadrer le nombre de cycles nécessaire à l'apparition d'au moins une bande de glissement¹. Deux seuils sont déterminés par éprouvette. Le premier à partir des observations au centre des éprouvettes sur une zone où l'amplitude de contrainte est considérée constante (cette zone mesure environ 3 mm de long par 1,5 mm de large). Le second à partir des observations sur les bords sur lesquels l'amplitude de contrainte est également considérée constante et environ égale à l'amplitude de contrainte au centre multipliée par le coefficient de concentration de contrainte $K_t = 1,04$ (ces zones mesurent environ 3 mm de long par 0,75 μm de large). L'ensemble des seuils permet de construire la courbe des premières bandes qui donne l'évolution de la contrainte d'apparition des bandes en fonction du nombre de cycles, de façon similaire à la courbe de WÖHLER qui donne la résistance à la fatigue. Le caractère persistant des bandes de glissement et les structures de dislocations sous-jacentes n'ont pas été étudiés c'est pourquoi nous parlons de premières bandes de glissement et non de PSB. Néanmoins les travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] ont montré la persistance des premières bandes à 20000 Hz, au sens où elles réapparaissent au même endroit après polissage électrolytique puis cyclage.

Les résultats sont présentés dans le tableau 5.1 et figure 5.4 ; ils montrent un effet de fréquence sur les conditions d'apparition des premières bandes de glissement en termes d'amplitude de contrainte et de nombre de cycles. Cet effet peut-être vu de deux façons :

1. Le nombre de cycles de chaque phase de chargement dépend de l'amplitude de contrainte. Le nombre de cycles minimal d'une phase de chargement a été fixé à 5000 cycles, le régime transitoire représentant 1000 cycles.

- pour un nombre de cycles fixé l'amplitude de contrainte nécessaire à la formation d'une bande est plus élevée à 20000 Hz qu'à 100 Hz.
- pour une amplitude de contrainte fixée le nombre de cycles nécessaire à la formation d'une bande est plus élevé à 20000 Hz qu'à 100 Hz.

Ce résultat est cohérent avec le fait que la tenue en fatigue à 100 Hz est moins bonne que celle à 20000 Hz. En effet, il a été vu dans l'étude bibliographique que le mécanisme précurseur à l'amorçage de fissures dans les matériaux ductiles monophasés est la formation des bandes de glissement (et plus précisément des PSB).

Il est intéressant de noter que pour un nombre de cycles fixé le rapport de la résistance à la fatigue à l'amplitude de contrainte nécessaire pour former les premières bandes est voisin de 2 et cela quelle que soit la fréquence d'essai (voir figure 5.5).

Fréquence (en Hz)	Amplitude de contrainte σ (en MPa)	Nombre de cycles N
100	au centre : 85	$N \leq 5.10^3$
	aux bords : 78	$N \leq 5.10^3$
	au centre : 75	$N \leq 5.10^3$
	aux bords : 67,6	$5.10^3 \leq N \leq 10^4$
	au centre : 65	$5.10^3 \leq N \leq 10^4$
	aux bords : 57,2	$5.10^4 \leq N \leq 10^5$
	au centre : 55	$5.10^4 \leq N \leq 10^5$
	aux bords : 46,8	$10^5 \leq N \leq 2.10^5$
	au centre : 45	$3.10^6 \leq N \leq 5.10^6$

Tableau 5.1 – Seuils de formation des premières bandes de glissement à 100 Hz.

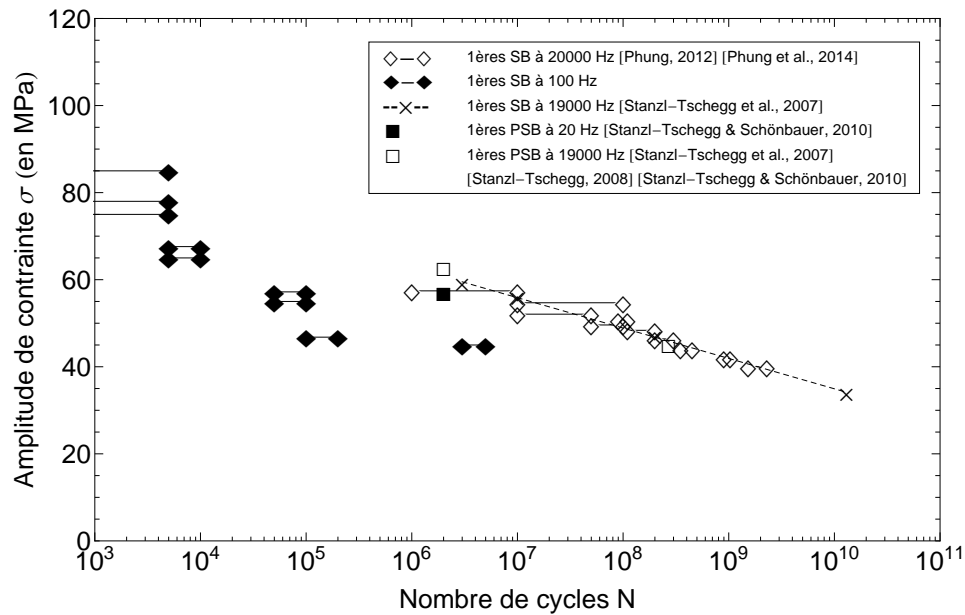


Figure 5.4 – Courbes d'apparition des premières bandes à 100 et 20000 Hz.

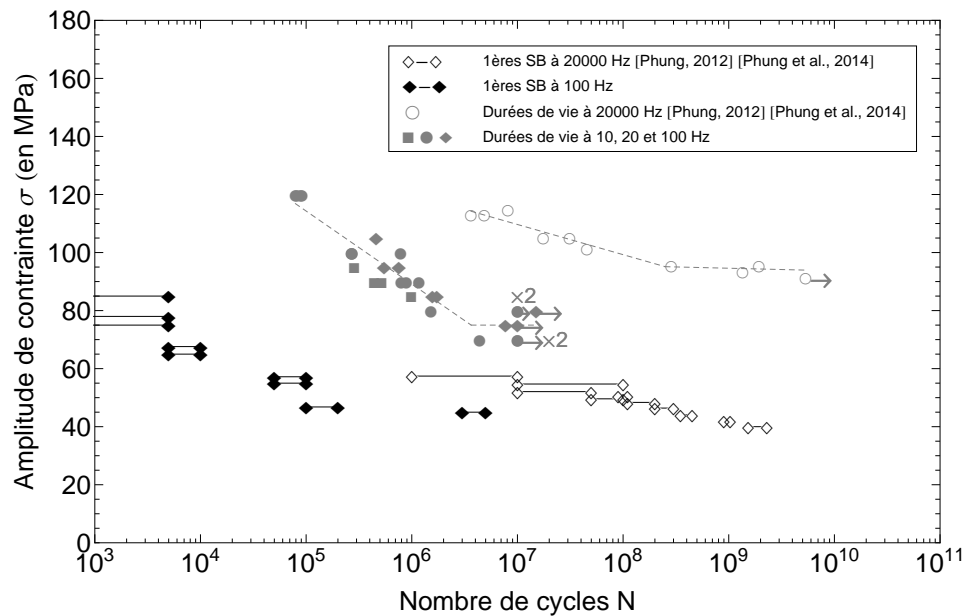


Figure 5.5 – Courbes d'apparition des premières bandes à 100 et 20000 Hz auxquelles ont été superposées les courbes de WÖHLER à 10, 20, 100 et 20000 Hz.

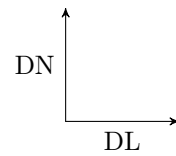
Il faut préciser que pour les amplitudes de contrainte les plus élevées (de 65 à 85 MPa), les bandes de glissement apparaissent quasiment simultanément sur les deux faces des éprouvettes. En revanche, pour les amplitudes de contrainte les plus faibles (45 et 55 MPa) les premières bandes peuvent apparaître beaucoup plus tardivement sur une face que sur l'autre. Ce phénomène pourrait être dû à deux facteurs. D'une part, à une légère flexion des éprouvettes, de telle sorte qu'une des faces serait plus chargée que l'autre. D'autre part, à une légère hétérogénéité de microstructure d'une face à l'autre de l'éprouvette. En effet, quand l'amplitude de contrainte est élevée c'est principalement celle-ci qui gouverne la formation des premières bandes de glissement. Quand l'amplitude de contrainte diminue, l'influence de la microstructure s'accroît et la formation des premières bandes de glissement est gouvernée par l'amplitude de contrainte mais aussi par les concentrations de contrainte locales induites par la microstructure. Ce dernier facteur peut aussi justifier que les nombres de cycles nécessaires à la formation d'une bande de glissement aux bords ou au centre d'une éprouvette sont identiques, excepté pour la plus faible amplitude de contrainte (voir tableau 5.1).

5.3.2 Morphologie et localisation des premières bandes de glissement à basse fréquence

Les observations au microscope optique des premières bandes de glissement sur les éprouvettes sollicitées à 100 Hz montrent des bandes longues, droites et esseulées assimilables à des bandes de type II. Ces bandes font un angle d'environ 40° avec l'axe de chargement. Il a été vérifié par EBSD que pour les deux plus hauts niveaux de contrainte (75 et 85 MPa) les premières bandes sont intergranulaires et sont situées le long d'un joint de macle (voir figures 5.6 et 5.7). Ce résultat est en accord avec les travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] menés pour une fréquence de sollicitation de 20000 Hz. Dans ces travaux, des premières bandes de type II sont majoritairement observées pour des amplitudes de contrainte de 47,5 à 65 MPa et des premières bandes de type III pour des amplitudes de contrainte inférieures à 47,5 MPa (ces dernières bandes ont été observées au MEB). Aucune première bande de type III n'a été observée à 100 Hz. Du fait de leur finesse et de leur faible relief, les premières bandes de type III ne sont détectables qu'au MEB.

En conclusion, cette seconde partie a montré qu'il existe un effet de fréquence sur les seuils d'apparition des premières bandes de glissement. Ceci pose la question d'un effet de fréquence sur le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles ; cet aspect est étudié dans la section suivante.

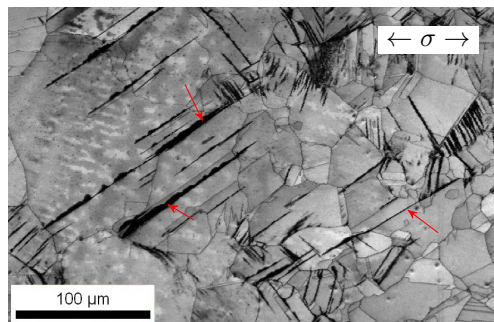
Repérage pour toutes
les cartographies :



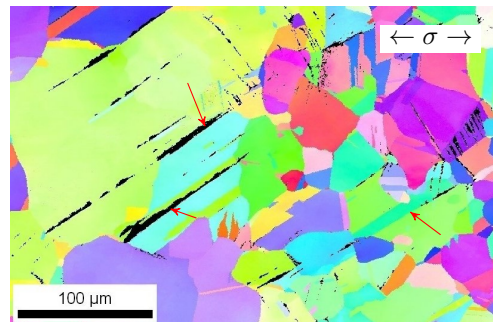
(a) Apparition des premières bandes après 5000 cycles.



(b) Même zone que la figure (a) après 10^6 cycles.



(c) Cartographie de l'indice de qualité après 10^6 cycles.



(d) Cartographie d'orientations après 10^6 cycles.

Lecture des orientations selon la direction DT :

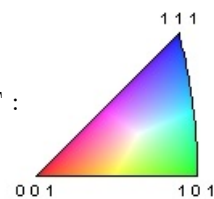


Figure 5.6 – Morphologie (figures (a) et (b)) et localisation (figures (c) et (d)) des premières bandes de glissement pour $f = 100$ Hz et $\sigma = 85$ MPa. Les clichés figures (a) et (b) ont été pris avec une lunette à grande focale. Les cartographies figures (c) et (d) ont été obtenues par EBSD (taille : $368 \mu\text{m} \times 235 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

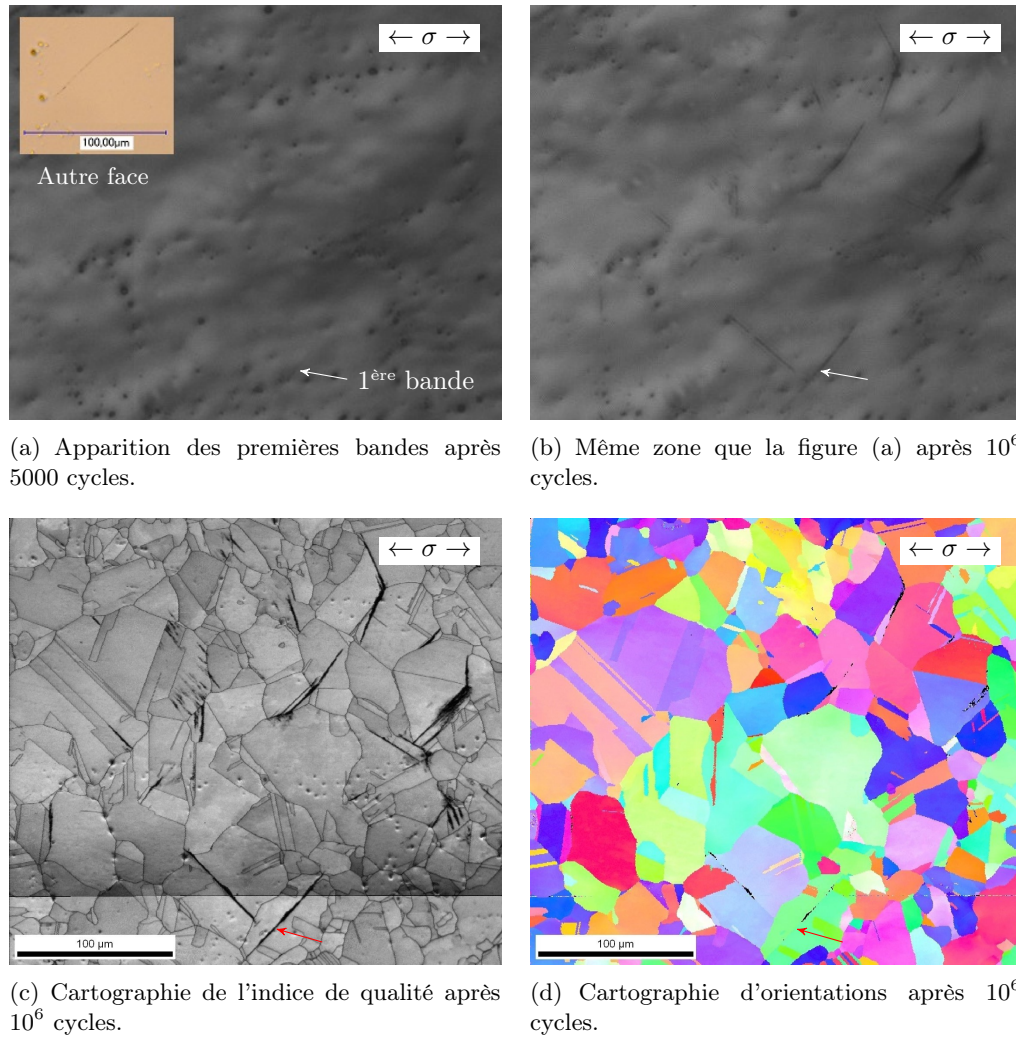


Figure 5.7 – Morphologie (figures (a) et (b)) et localisation (figures (c) et (d)) des premières bandes de glissement pour $f = 100$ Hz et $\sigma = 75$ MPa. Les clichés figures (a) et (b) ont été pris avec une lunette à grande focale. Les cartographies figures (c) et (d) ont été obtenues par EBSD (taille : $317 \mu\text{m} \times 288 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

5.4 Effets de la fréquence et de la température sur le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles

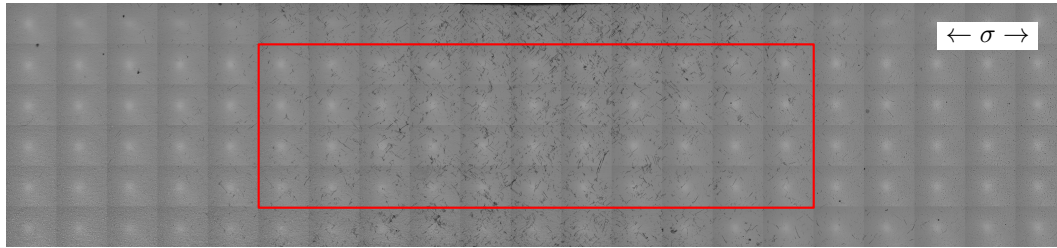
Dans le but de comprendre l'effet de fréquence constaté sur les courbes de WÖHLER, le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles a été étudié. Afin d'avoir des informations quantitatives nous proposons de suivre l'évolution de la fraction de surface recouverte par des bandes au centre de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles. Cette fraction de surface est un indicateur de l'irréversibilité du glissement en surface. La démarche suivie pour son calcul a été exposée au chapitre 2, section 2.4.3. Les essais de fatigue ont été interrompus pour pouvoir suivre l'évolution de la fraction de surface recouverte par des bandes en fonction du nombre de cycles. Ces essais ont été faits à 100 et 20000 Hz dans des gammes d'amplitudes de contrainte et de nombre de cycles communs pour pouvoir comparer les résultats. Les amplitudes de contrainte ont été fixées à 65, 75 et 85 MPa. Comme il a été vu précédemment (voir chapitre 4, section 4.2) que la tenue à la fatigue est moins bonne à 100 Hz, des essais complémentaires ont été faits à 100 Hz pour des amplitudes de contrainte de 45 et 55 MPa. Les essais ont été interrompus après 10^6 , 5.10^6 et 10^7 cycles. Comme on peut s'attendre à un développement rapide des bandes de glissement lors des essais à 100 Hz pour une amplitude de contrainte de 85 MPa, ces essais ont également été interrompus après $2.7.10^5$ cycles.

Rappelons que dans le but d'avoir des résultats représentatifs deux éprouvettes sont utilisées par amplitude de contrainte et à chaque fois les deux faces d'une éprouvette sont analysées. Pour une fréquence, une amplitude de contrainte et un nombre de cycles donnés, les résultats présentés ont été obtenus en moyennant quatre valeurs. Sur certains graphiques les valeurs minimales et maximales de la fraction de surface recouverte par des bandes sont précisées par des barres d'erreurs. À 100 Hz pour une amplitude de contrainte de 75 MPa les résultats présentés ont été obtenus en moyennant seulement deux valeurs car une éprouvette a été exclue de l'étude comme elle s'est rompue avant 10^7 cycles ($N_r = 7\,697\,320$ cycles). Il faut aussi signaler qu'à 100 Hz pour une amplitude de contrainte de 85 MPa les deux éprouvettes se sont rompues après 10^6 cycles ($N_r = 1\,569\,648$ cycles et $N_r = 1\,728\,435$ cycles).

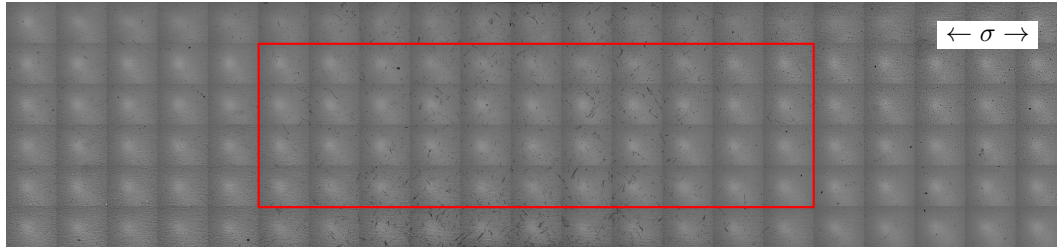
Avant de présenter des résultats quantitatifs, des panoramas optiques de la surface des éprouvettes après essais de fatigue sont présentés figure 5.8. Ces panoramas ont été réalisés après essais à 100 et 20000 Hz, pour des amplitudes de contrainte de 75 et 85 MPa et pour un nombre de cycles de 10^6 . Pour une fréquence et un niveau de chargement donnés, le panorama exposé est celui pour lequel la fraction de surface recouverte par des bandes est la plus proche de la valeur moyenne. Ces panoramas montrent que la fraction de surface recouverte par des bandes après 10^6 cycles est supérieure à 100 Hz qu'à 20000 Hz.

Les résultats quantitatifs sont présentés dans les sous-sections suivantes. Dans un premier temps, les profils longitudinaux et transversaux de la fraction de surface recouverte par des bandes sont présentés, d'abord à 100 puis à 20000 Hz. En d'autres termes, ces profils

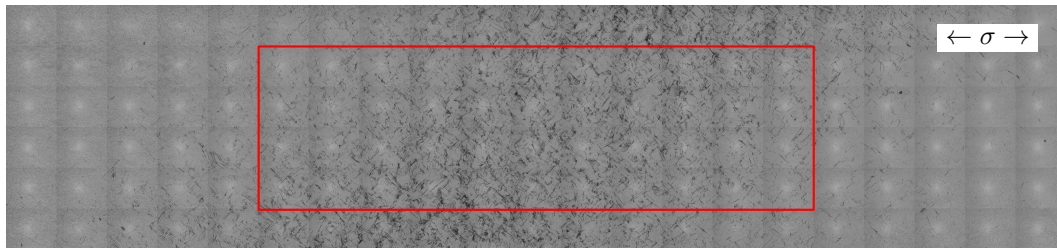
correspondent à la fraction de surface recouverte par des bandes le long de l'axe longitudinal et le long de l'axe transversal (voir chapitre 2, section 2.4.3). Ces profils permettent d'une part d'obtenir des informations quantitatives sur la répartition des bandes en surface et d'autre part de visualiser le développement des bandes avec le nombre de cycles. Dans un second temps, les évolutions avec le nombre de cycles de la fraction de surface recouverte par des bandes au centre des éprouvettes sont directement comparées à 100 et 20000 Hz. Cette fraction de surface recouverte par des bandes au centre des éprouvettes est calculée sur une zone de 12 mm^2 et est notée $f_{s,c}$ (voir chapitre 2, section 2.4.3).



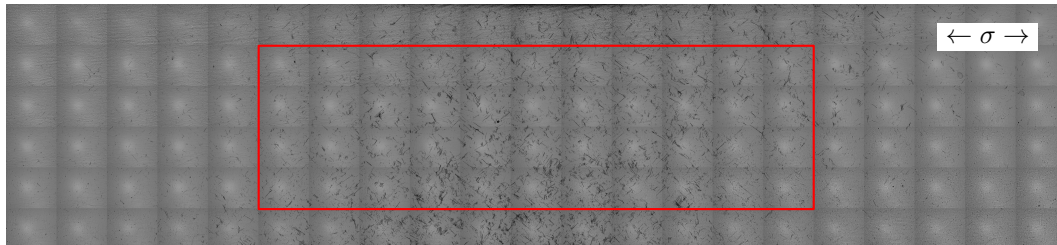
(a) $f = 100$ Hz, $\sigma = 75$ MPa, $f_{s,c} = 2,3$ %.



(b) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 75$ MPa, $f_{s,c} = 1,2$ %.



(c) $f = 100$ Hz, $\sigma = 85$ MPa, $f_{s,c} = 13,7$ %.



(d) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 85$ MPa, $f_{s,c} = 4,1$ %.

Figure 5.8 – Panoramas des éprouvettes après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz et pour plusieurs amplitudes de contrainte (dimensions de chaque panorama : environ 3 mm \times 12 mm). Le trait rouge délimite la zone centrale sur laquelle est calculée la fraction de surface recouverte par des bandes, sa valeur sur cette zone est notée $f_{s,c}$ et est indiquée pour chaque panorama.

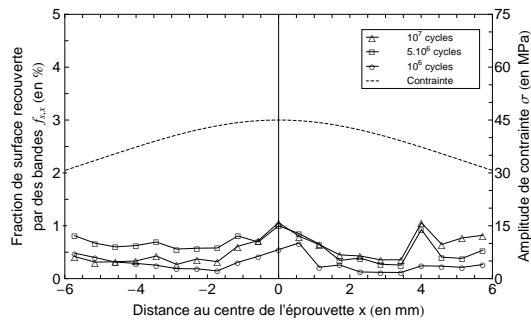
5.4.1 Essais à basse fréquence

Les profils longitudinaux et transversaux de la fraction de surface recouverte par des bandes à 100 Hz sont présentés figure 5.9. Ces profils sont présentés pour plusieurs amplitudes de contrainte et nombres de cycles.

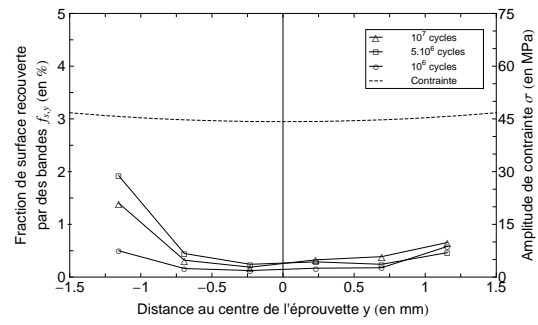
Pour les amplitudes de contrainte de 45 et 55 MPa il est délicat de déterminer une fraction de surface recouverte par des bandes car les bandes sont très peu nombreuses et de fait la méthode de calcul est très sensible au bruit de mesure (celui-ci est inférieur à 1 %). Ce bruit de mesure est dû aux défauts de surface et il permet d'expliquer que localement pour de faibles amplitudes de contrainte la fraction de surface recouverte par des bandes n'augmente pas toujours avec le nombre de cycles. Néanmoins pour ces amplitudes de contrainte le calcul permet de donner une borne supérieure ; celle-ci vaut environ 1 %. Ce résultat est cohérent avec les seuils d'apparition des premières bandes à 45 et 55 MPa ; rappelons qu'à la fréquence de 100 Hz le seuil d'apparition des premières bandes à 45 MPa est compris entre $3 \cdot 10^6$ et $5 \cdot 10^6$ cycles et celui à 55 MPa est compris entre $5 \cdot 10^4$ et 10^5 cycles. Pour les amplitudes de contrainte plus élevées (65, 75 et 85 MPa) les bandes de glissement sont beaucoup plus nombreuses, la méthode de calcul est donc peu sensible au bruit et par conséquent les valeurs de la fraction de surface recouverte par des bandes sont significatives.

Pour les amplitudes de contrainte les plus élevées (65, 75 et 85 MPa), les profils de la fraction de surface recouverte par des bandes sont cohérents avec les profils de l'amplitude de contrainte ; sur les profils longitudinaux la fraction de surface recouverte par des bandes est maximale au centre des éprouvettes là où se situe le pic de contrainte et sur les profils transversaux la fraction de surface recouverte par des bandes est maximale au niveau des bords des éprouvettes en raison des légères concentrations de contrainte ($K_t = 1,04$). Pour un nombre de cycles donné, la fraction de surface recouverte par des bandes augmente avec l'amplitude de contrainte. De plus, pour une amplitude de contrainte donnée, la fraction de surface recouverte par des bandes augmente avec le nombre de cycles. Cependant, la forme des profils évolue peu avec le nombre de cycles (par exemple à 65 MPa on observe une diminution de la fraction de surface recouverte par des bandes en $x = 1$ mm quel que soit le nombre de cycles). Il faut signaler qu'il arrive parfois que la fraction de surface recouverte par des bandes diminue avec le nombre de cycles ; cette incohérence est due au bruit de mesure et survient dans des zones pour lesquelles $x \leq -4$ mm ou $4 \leq x$ mm où peu de bandes se forment.

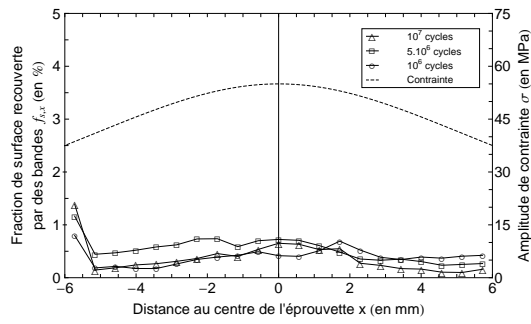
Cette étude montre aussi que pour les trois plus hautes amplitudes de contrainte (65, 75 et 85 MPa) les profils de la fraction de surface recouverte par des bandes sont beaucoup plus étroits que ceux de l'amplitude de contrainte. Ceci peut-être expliqué par le fait que l'activation d'un système de glissement et ainsi la formation d'une bande de glissement est un phénomène à seuil ; la cission résolue sur le système de glissement doit être supérieure à la cission critique. Une faible diminution de l'amplitude de contrainte peut donc entraîner une baisse importante du nombre de bandes formées.



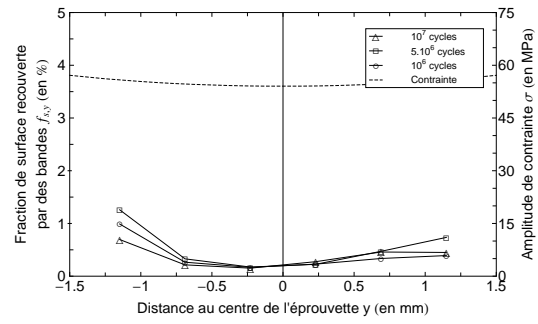
(a) $\sigma = 45$ MPa, profil longitudinal.



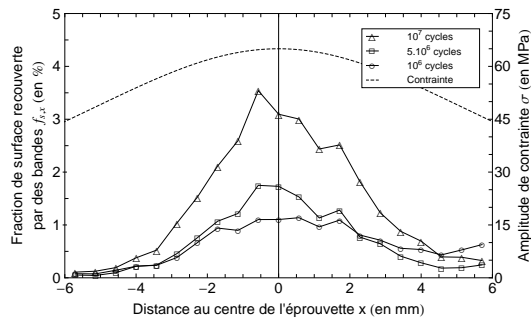
(b) $\sigma = 45$ MPa, profil transversal.



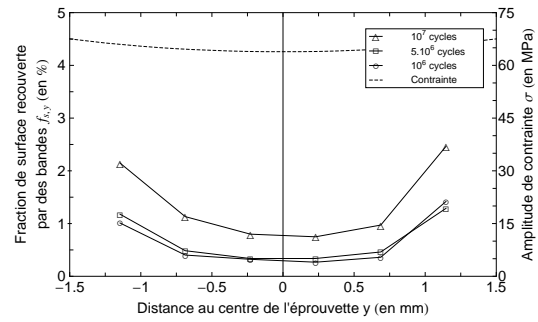
(c) $\sigma = 55$ MPa, profil longitudinal.



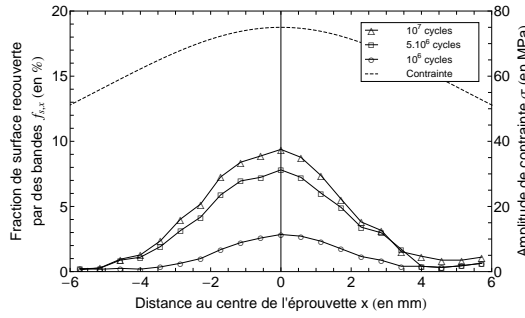
(d) $\sigma = 55$ MPa, profil transversal.



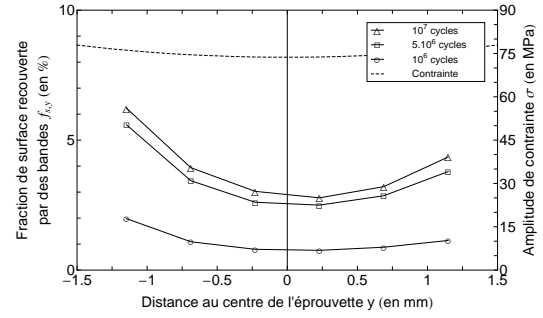
(e) $\sigma = 65$ MPa, profil longitudinal.



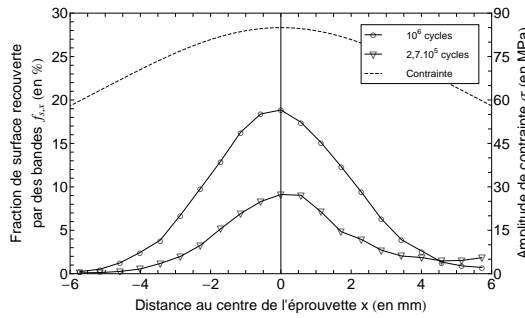
(f) $\sigma = 65$ MPa, profil transversal.



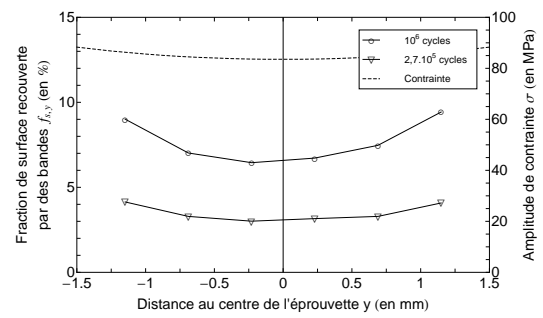
(g) $\sigma = 75$ MPa, profil longitudinal.



(h) $\sigma = 75$ MPa, profil transversal.



(i) $\sigma = 85$ MPa, profil longitudinal.



(j) $\sigma = 85$ MPa, profil transversal.

Figure 5.9 – Profils de la fraction de surface recouverte par des bandes à 100 Hz pour plusieurs amplitudes de contrainte et nombres de cycles.

Pour visualiser le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles, la figure 5.10 montre l'évolution de la fraction de surface recouverte par des bandes au centre des éprouvettes (pour rappel cette fraction de surface est calculée sur une zone de 12 mm^2 et est notée $f_{s,c}$, voir chapitre 2, section 2.4.3). Pour des amplitudes de contrainte de 45, 55 et 65 MPa, la fraction de surface recouverte par des bandes est faible (inférieure à 2 % à 10^7 cycles). À partir de 75 MPa la fraction de surface recouverte par des bandes augmente significativement (à 75 MPa elle vaut environ 6 % à 10^7 cycles et à 85 MPa elle est supérieure à 12 % à 10^6 cycles). De plus, de façon générale, la pente de la courbe de la fraction de surface recouverte par des bandes diminue avec le nombre de cycles (ce n'est pas le cas à 65 MPa). Ceci tend à montrer l'existence de deux régimes. Au cours du premier régime, la déformation est accommodée par la formation de bandes de glissement. Au cours du second régime, une partie de la déformation est accommodée par les bandes déjà formées, l'autre partie est accommodée par la formation de nouvelles bandes.

Il faut aussi noter que, pour un nombre de cycles donné, la dispersion augmente avec l'amplitude de contrainte. À 10^6 cycles, pour des amplitudes de contrainte de 45 à 65 MPa la dispersion est inférieure à 1 %, à 75 MPa la dispersion vaut environ 2 % et elle atteint environ 10 % à 85 MPa. De plus, pour une amplitude de contrainte donnée, la

dispersion augmente quand le nombre de cycles augmente et se rapproche de la durée de vie. Pour des amplitudes de contrainte de 45, 55 et 65 MPa, les durées de vie à 100 Hz sont très supérieures à 10^7 cycles (voir tableau 5.2) et les dispersions à 10^6 , 5.10^6 et 10^7 cycles sont sensiblement identiques et inférieures à 1,5 %. En revanche, à 85 MPa, la durée de vie à 100 Hz est d'environ $1,5.10^6$ cycles (voir tableau 5.2) et les dispersions à $2,7.10^5$ et 10^6 cycles valent respectivement environ 3 % et 10 %. Ce constat est aussi vérifié à 75 MPa.

Fréquence (en Hz)	Amplitude de contrainte σ (en MPa)	Rapport du nombre de cycles		
		$\frac{10^6}{N_r}$	$\frac{5.10^6}{N_r}$	$\frac{10^7}{N_r}$
100	45, 55, 65	$\ll 0,1$	$\ll 0,5$	$\ll 1$
	75	$\simeq 0,1$	$\simeq 0,5$	$\simeq 1$
	85	$\simeq 0,7$	$\simeq 3,4$	$\simeq 6,8$

Tableau 5.2 – Rapport du nombre de cycles pour les trois principales phases de chargement et de la durée de vie à 100 Hz pour plusieurs amplitudes de contrainte.

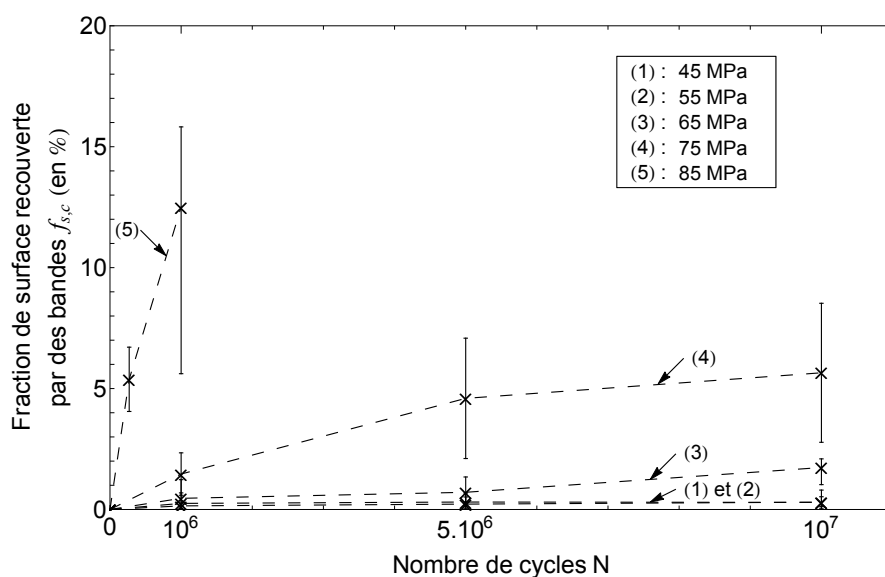


Figure 5.10 – Développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles à 100 Hz et pour plusieurs amplitudes de contrainte.

5.4.2 Essais ultrasoniques avec système de refroidissement

Les profils longitudinaux et transversaux de la fraction de surface recouverte par des bandes à 20000 Hz sont présentés figure 5.11. Les mêmes observations qu'à la section 5.4.1

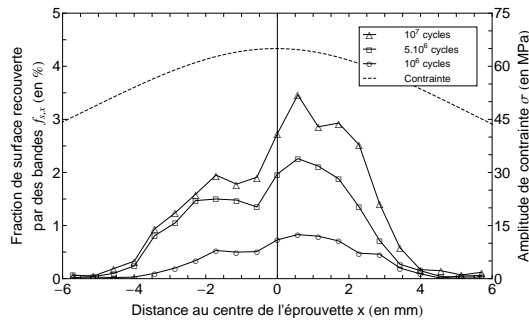
peuvent être faites sur les profils de la fraction de surface recouverte par des bandes :

- ces profils sont cohérents avec les profils de l'amplitude de contrainte ; sur les profils longitudinaux la fraction de surface recouverte par des bandes est maximale au centre des éprouvettes là où se situe le pic de contrainte et sur les profils transversaux la fraction de surface recouverte par des bandes est maximale au niveau des bords des éprouvettes en raison des concentrations de contrainte. De plus, comme précédemment, les profils de la fraction de surface recouverte par des bandes sont beaucoup plus étroits que ceux de l'amplitude de contrainte.
- pour une amplitude de contrainte donnée, la fraction de surface recouverte par des bandes augmente avec le nombre de cycles. Cependant, la forme des profils évolue peu avec le nombre de cycles (par exemple à 75 MPa on observe une diminution de la fraction de surface recouverte par des bandes en $x = 0$ mm quel que soit le nombre de cycles).
- pour un nombre de cycles donné, la fraction de surface recouverte par des bandes augmente avec l'amplitude de contrainte.

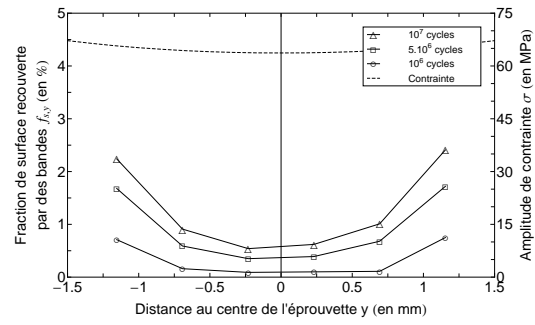
En revanche, aucune éprouvette ne s'est rompue avant 10^7 cycles étant donné que pour les niveaux de chargement étudiés les nombres de cycles appliqués sont beaucoup plus faibles que les durées de vie (voir tableau 5.3).

Fréquence (en Hz)	Amplitude de contrainte σ (en MPa)	Rapport du nombre de cycles		
		$\frac{10^6}{N_r}$	$\frac{5 \cdot 10^6}{N_r}$	$\frac{10^7}{N_r}$
20000	65	$\ll 10^{-4}$	$\ll 5 \cdot 10^{-4}$	$\ll 10^{-3}$
	75	$\ll 10^{-4}$	$\ll 5 \cdot 10^{-4}$	$\ll 10^{-3}$
	85	$< 10^{-4}$	$< 5 \cdot 10^{-4}$	$< 10^{-3}$

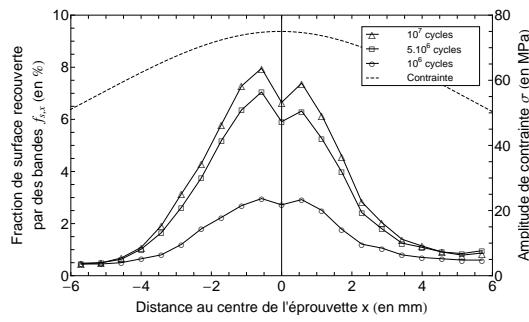
Tableau 5.3 – Rapport du nombre de cycles pour les trois principales phases de chargement et de la durée de vie à 20000 Hz pour plusieurs amplitudes de contrainte.



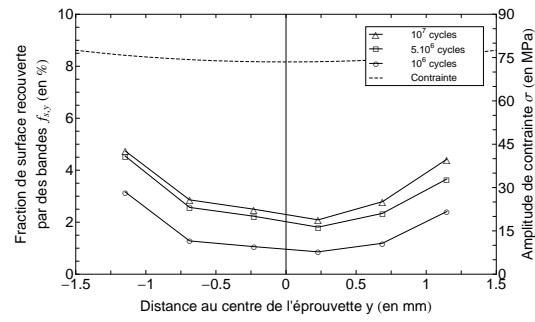
(a) $\sigma = 65$ MPa, profil longitudinal.



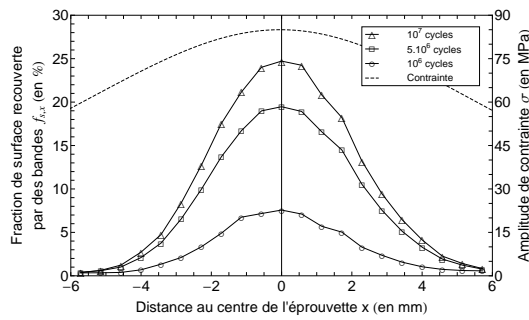
(b) $\sigma = 65$ MPa, profil transversal.



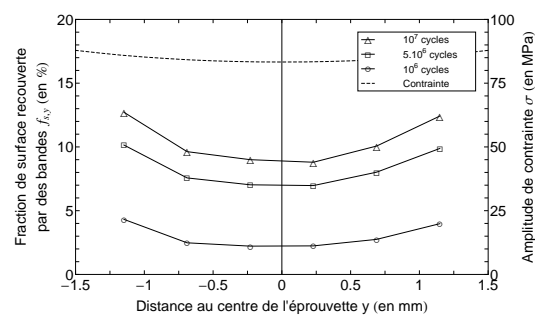
(c) $\sigma = 75$ MPa, profil longitudinal.



(d) $\sigma = 75$ MPa, profil transversal.



(e) $\sigma = 85$ MPa, profil longitudinal.



(f) $\sigma = 85$ MPa, profil transversal.

Figure 5.11 – Profils de la fraction de surface recouverte par des bandes à 20000 Hz pour plusieurs amplitudes de contrainte et nombres de cycles. Un système de refroidissement a été utilisé lors des essais.

Pour visualiser le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles, la figure 5.12 montre l'évolution de la fraction de surface recouverte par des bandes au centre des éprouvettes. Les observations sont analogues à celles de la section précédente :

- la fraction de surface recouverte par des bandes augmente significativement à partir de 75 MPa.
- la pente à la courbe de la fraction de surface recouverte par des bandes diminue avec le nombre de cycles.
- pour un nombre de cycles donné la dispersion augmente avec l'amplitude de contrainte.
- pour une amplitude de contrainte donnée la dispersion augmente quand le nombre de cycles augmente.

La section suivante s'attache à comparer plus précisément les résultats obtenus à ces deux fréquences.

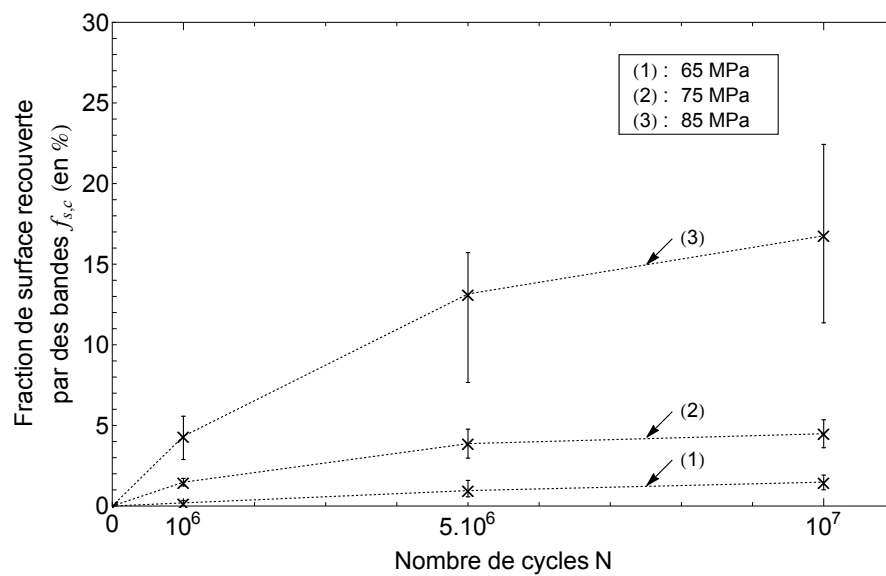
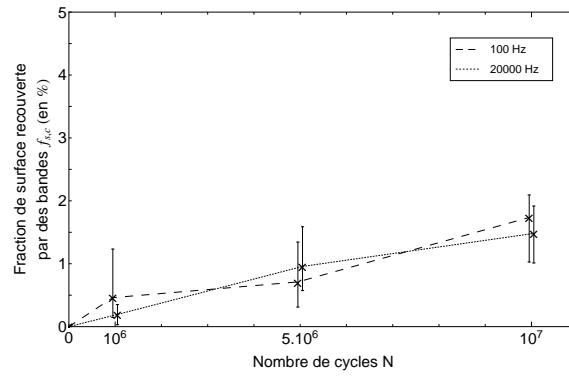


Figure 5.12 – Développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles à 20000 Hz et pour plusieurs amplitudes de contrainte.

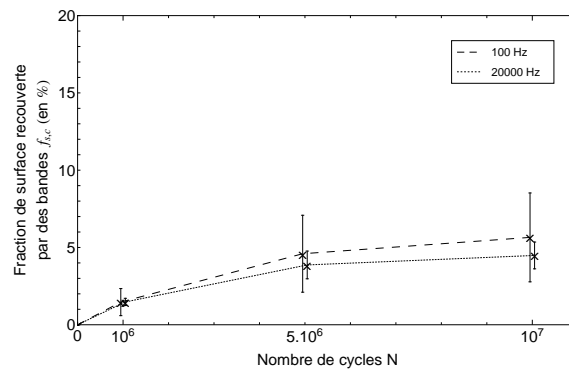
5.4.3 Comparaison des résultats à basse et haute fréquence

Pour comparer le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles à 100 et à 20000 Hz, la figure 5.13 présente les évolutions de la fraction de surface recouverte par des bandes au centre des éprouvettes à ces deux fréquences. Cette figure montre que les courbes à 100 et à 20000 Hz ont sensiblement la même allure. Néanmoins, la quantité de bandes est globalement plus importante à 100 Hz qu'à 20000 Hz. Ce résultat est en accord avec le fait que la tenue à la fatigue à 100 Hz est moins bonne que celle à 20000 Hz.

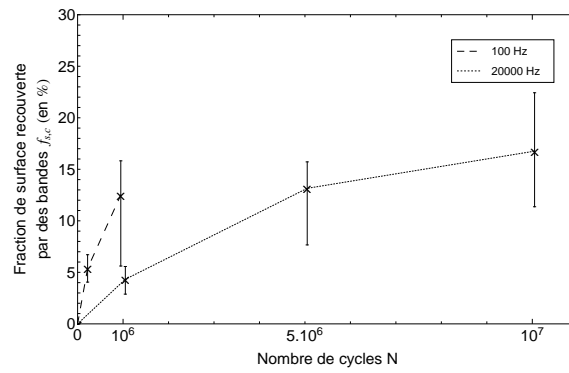
Pour une amplitude de contrainte de 65 MPa, les fractions de surface recouverte par des bandes à 100 et à 20000 Hz sont sensiblement équivalentes et restent faibles (inférieures à 2 % à 10^7 cycles) traduisant que peu de bandes se forment en surface (voir figure 5.13a). De plus, les pentes des courbes sont très voisines. À 75 MPa la fraction de surface recouverte par des bandes augmente (elle est de l'ordre de 5 % à 10^7 cycles, voir figure 5.13b). La fraction de surface recouverte par des bandes à 100 Hz est légèrement plus élevée que celle à 20000 Hz (un peu plus de 1 %). À ce niveau de contrainte, la dispersion à 100 Hz est au moins deux fois plus élevée que celle à 20000 Hz. Comme mentionné précédemment, ceci peut être expliqué par le fait que la durée de vie à 75 MPa à 100 Hz semble se situer autour de 10^7 cycles, alors que pour ce niveau de contrainte la durée de vie est bien plus importante à 20000 Hz (au moins 1000 fois plus élevée). Pour une amplitude de contrainte de 85 MPa un écart significatif est observé entre les courbes à 100 et 20000 Hz ; pour un nombre de cycles de 10^6 , la fraction de surface recouverte par des bandes à 100 Hz est environ trois fois plus élevée que celle à 20000 Hz (voir figure 5.13c). Un rapport de trois est aussi observé entre les pentes des courbes. La dispersion est aussi beaucoup plus élevée à 100 Hz (environ trois fois plus) pour la raison évoquée précédemment.



(a) $\sigma = 65$ MPa.



(b) $\sigma = 75$ MPa.



(c) $\sigma = 85$ MPa.

Figure 5.13 – Développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles à 100 et 20000 Hz et pour différentes amplitudes de contrainte. Pour éviter les superpositions des barres d'erreurs celles-ci ont été légèrement décalées sur l'axe des nombres de cycles.

5.4.4 Essais ultrasoniques sans système de refroidissement

Pour étudier l'effet de la température sur le développement des bandes de glissement, des essais de fatigue ultrasonique sans système de refroidissement ont été réalisés. Les amplitudes de contrainte ont été fixées à 55, 65, 75, 80, 85 et 88 MPa et le nombre de cycles à 10^6 . Deux éprouvettes sont utilisées par niveau de contrainte. Après essais, la fraction de surface recouverte par des bandes est calculée suivant la même démarche que précédemment.

Les niveaux de chargement et le nombre de cycles appliqués permettent d'une part de faire des comparaisons avec les résultats des essais ultrasoniques avec système de refroidissement présentés à la section précédente et d'autre part de confronter les valeurs de fractions de surface recouverte par des bandes avec les calculs de dissipation d'Antoine BLANCHE pour des essais ultrasoniques sans système de refroidissement.

Lors d'un essai complémentaire à une amplitude de contrainte de 90 MPa la rupture est survenue après 973 300 cycles. Pour une fréquence de 20000 Hz et sans système de refroidissement la résistance à la fatigue à 10^6 cycles peut donc être estimée à 90 MPa.

Les profils longitudinaux et transversaux de la fraction de surface recouverte par des bandes à 20000 Hz sans système de refroidissement sont présentés figures 5.14 et 5.15. Des observations similaires à celles des sections 5.4.1 et 5.4.2 peuvent être faites sur les profils de la fraction de surface recouverte par des bandes :

- ces profils sont cohérents avec ceux de l'amplitude de contrainte au sens où la fraction de surface recouverte par des bandes est maximale dans les zones où l'amplitude de contrainte est maximale. De plus, comme précédemment, les profils de la fraction de surface recouverte par des bandes sont beaucoup plus étroits que ceux de l'amplitude de contrainte.
- la fraction de surface recouverte par des bandes augmente avec l'amplitude de contrainte.

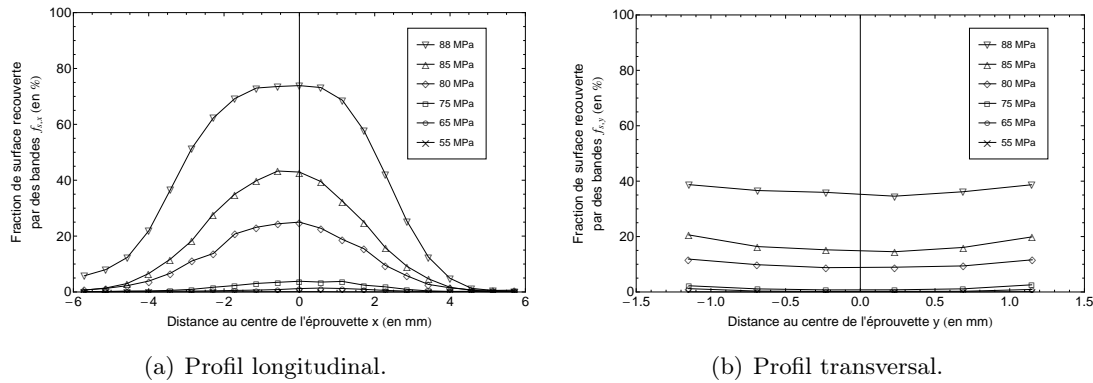


Figure 5.14 – Profils de la fraction de surface recouverte par des bandes après essais de fatigue de 10^6 cycles à 20000 Hz sans système de refroidissement.

Les profils longitudinaux de la fraction de surface recouverte par des bandes ont été

comparés aux profils longitudinaux de la dissipation obtenus dans la thèse d'Antoine BLANCHE pour des essais ultrasoniques sans système de refroidissement. Ces profils longitudinaux de dissipation ont été déterminés à partir d'un modèle 2D [Blanche, 2012] (ce modèle permet de déterminer des cartographies de la dissipation à la surface des éprouvettes, mais il requiert un traitement mathématique beaucoup plus complexe que pour le modèle 0D présenté au chapitre 4). La figure 5.15 présente pour une amplitude de contrainte donnée et un nombre de cycles de 10^6 la superposition du profil de la fraction de surface recouverte par des bandes, de la dissipation intrinsèque et de l'amplitude de contrainte. Pour pouvoir représenter ces trois grandeurs sur le même graphique, ces grandeurs ont été normalisées. Il apparaît un très bon accord entre le profil de la fraction de surface recouverte par des bandes et le profil de la dissipation. Pour une amplitude de contrainte de 65 MPa, les positions du pic de dissipation et de la fraction de surface recouverte par des bandes sont distantes d'environ 1 mm. Cet écart peut s'expliquer par le fait que ces deux analyses n'ont pas été faites sur la même éprouvette. Ces résultats confirment que la dissipation intrinsèque est un bon indicateur de l'activité plastique en surface comme nous l'avons vu au chapitre 4, section 4.3.1.

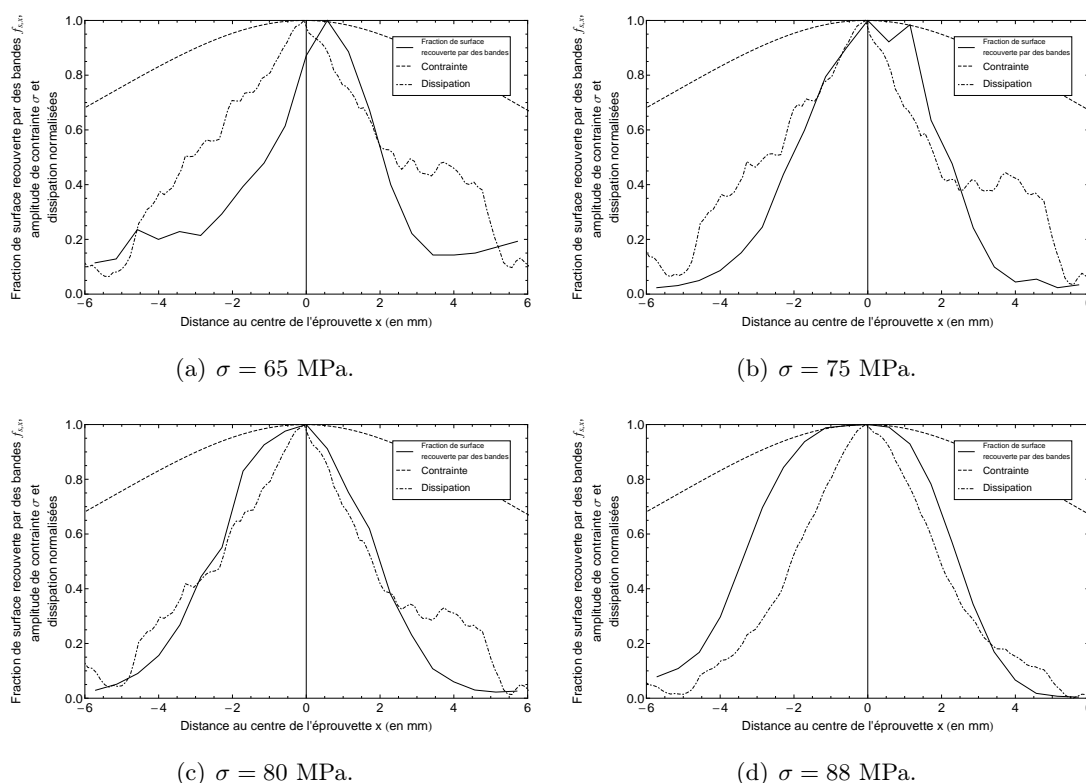


Figure 5.15 – Profils longitudinaux de la fraction de surface recouverte par des bandes, de l'amplitude de contrainte et de la dissipation après essais de fatigue de 10^6 cycles à 20000 Hz sans système de refroidissement.

5.4.5 Comparaison des résultats pour les essais ultrasoniques avec et sans système de refroidissement

Pour mettre en évidence l'effet de la température sur le développement des bandes de glissement, la figure 5.16 compare les fractions de surface recouverte par des bandes après 10^6 cycles pour les essais ultrasoniques réalisés avec et sans système de refroidissement. La fraction de surface recouverte par des bandes pour les essais ultrasoniques sans système de refroidissement est bien supérieure à celle obtenue avec système de refroidissement. Il faut noter que l'influence de la température sur la fraction de surface recouverte par des bandes est assez importante. À titre d'exemple pour une amplitude de contrainte de 85 MPa les échauffements des éprouvettes pour les essais ultrasoniques avec et sans système de refroidissement valent respectivement 23 et 66 °C et les fractions de surface recouverte par des bandes valent respectivement 4 et 28 %. Ainsi, quand l'échauffement est multiplié par un facteur 3, la fraction de surface recouverte par des bandes est multipliée par un facteur 7. Pour la même amplitude de contrainte, un facteur 200 sur la fréquence engendre un facteur de 3 sur la fraction de surface recouverte par des bandes.

La figure 5.17 compare les fractions de surface recouverte par des bandes aux calculs d'énergies dissipées au cours d'un cycle. Cette figure montre que le changement de régime dissipatif coïncide avec une augmentation significative de la fraction de surface recouverte par des bandes. De plus, il apparaît que la fraction de surface recouverte par des bandes est fortement affectée par la température alors que l'énergie dissipée au cours d'un cycle l'est beaucoup moins. Ce phénomène est particulièrement marqué pour une amplitude de contrainte de 85 MPa. Ce résultat tend à montrer que si l'activité plastique est globalement la même aux deux températures, les mécanismes de formation des bandes sont plus actifs à $66 + 20 = 86$ °C qu'à $23 + 10 = 33$ °C (ces températures absolues ont été calculées pour une amplitude de contrainte de 85 MPa en ajoutant aux valeurs d'échauffement les valeurs des températures T_0 mesurées avant essais en l'absence de chargement mécanique).

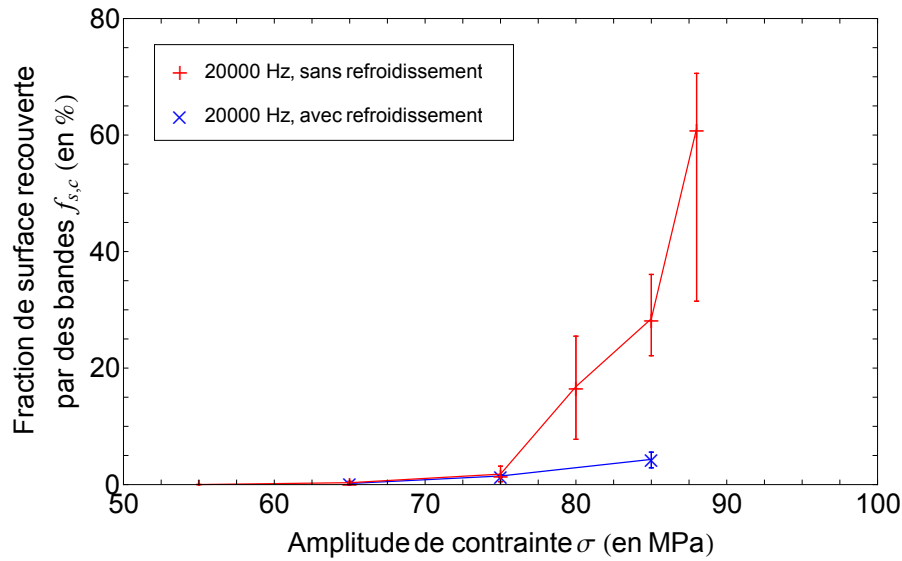


Figure 5.16 – Comparaison des fractions de surface recouverte par des bandes de glissement pour un nombre de cycles de 10^6 pour les essais ultrasoniques avec et sans système de refroidissement.

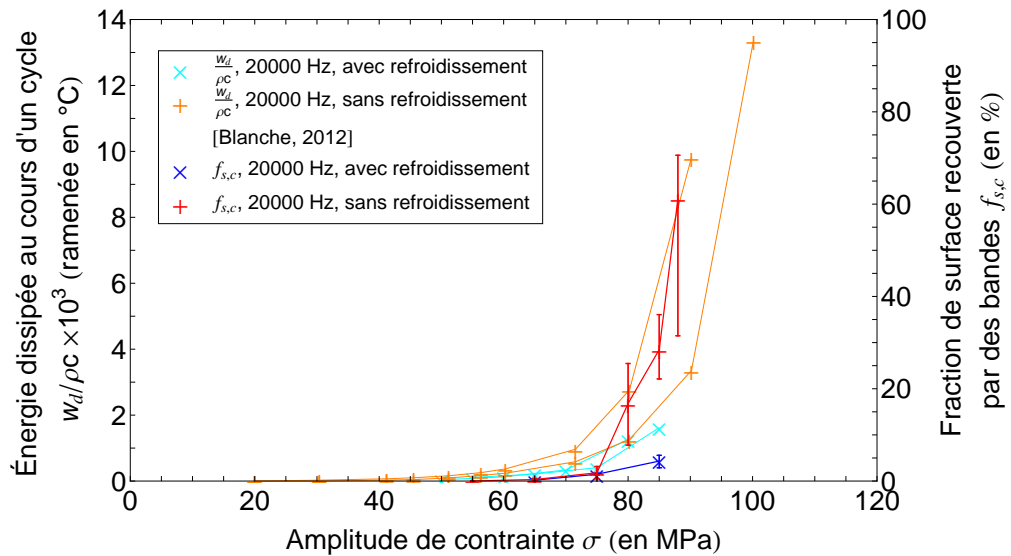


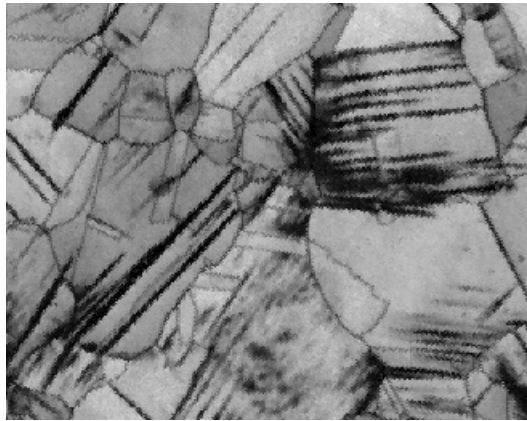
Figure 5.17 – Comparaison des énergies dissipées au cours d'un cycle et des fractions de surface recouverte par des bandes de glissement pour un nombre de cycles de 10^6 pour les essais ultrasoniques avec et sans système de refroidissement.

5.5 Répartition de la microplasticité dans les grains – Calculs de désorientation intragranulaire

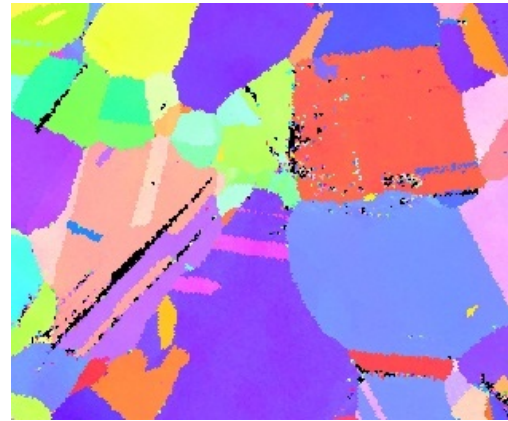
Afin de voir s'il existe un effet de la fréquence sur la répartition de la microplasticité dans les grains, des calculs de désorientation intragranulaire ont été faits à partir des cartographies EBSD réalisées après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 Hz (sans système de refroidissement) et à 20000 Hz avec système de refroidissement. Les calculs ont été faits pour des amplitudes de contrainte de 75 et 85 MPa, car pour ces deux niveaux de contrainte des différences ont été constatées entre le développement des bandes à 100 et 20000 Hz (voir section 5.4). Afin d'avoir des valeurs de référence, les calculs de désorientation intragranulaire ont également été faits à partir de cartographies EBSD réalisées sur des éprouvettes de fatigue conventionnelle et ultrasonique non sollicitées.

C'est la méthode *Kernel Average Misorientation* sous le logiciel OIM qui a été mise en oeuvre; elle consiste à calculer une désorientation intragranulaire pour chaque pixel en faisant la moyenne des désorientations avec ses pixels voisins (la méthode ainsi que les paramètres choisis ont été exposés au chapitre 2, section 2.4.2).

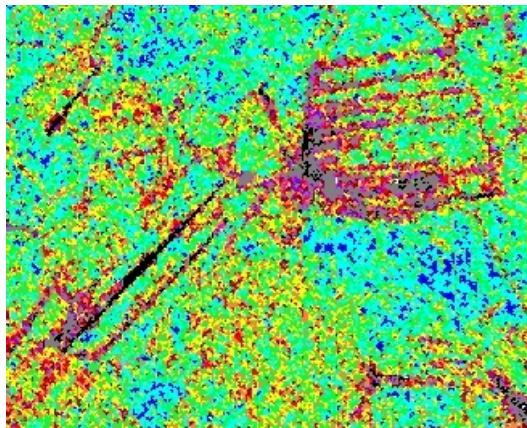
Pour que les résultats à 100 et 20000 Hz soient comparables les pixels situés dans les bandes de glissement ne sont pas pris en compte. En effet, l'indexation au sein des bandes est plus difficile à 100 Hz qu'à 20000 Hz. De plus, les valeurs de désorientation calculées au sein des bandes sont élevées (de l'ordre de 1° , voir figure 5.18). Il faut donc exclure les pixels situés dans les bandes de glissement afin de ne pas sur-estimer la proportion de désorientations élevées pour les essais réalisés à 20000 Hz. Le critère proposé pour identifier ces pixels est de considérer que l'indice de qualité y est inférieur à 60 % de l'indice moyen de la cartographie (voir figure 5.19).



(a) Cartographie de l'indice de qualité.



(b) Cartographie d'orientations.



	Min	Max
	0	0.1
	0.1	0.2
	0.2	0.3
	0.3	0.4
	0.4	0.5
	0.5	0.6
	0.6	0.7
	0.7	0.8
	0.8	0.9
	0.9	1
	1	5

(c) Cartographie de désorientation intragranulaire (angles en $^{\circ}$).

Figure 5.18 – Exemple de cartographie de désorientation intragranulaire ($f = 20000$ Hz, $\sigma = 85$ MPa et $N = 10^6$ cycles). Au sein de certaines bandes l'indexation n'est pas possible (ces bandes figurent en noir sur la cartographie d'orientations) et dans ce cas la désorientation ne peut pas être calculée. Pour les bandes indexées la désorientation peut être calculée ; dans ce cas elle est assez élevée et elle vaut environ 1° .

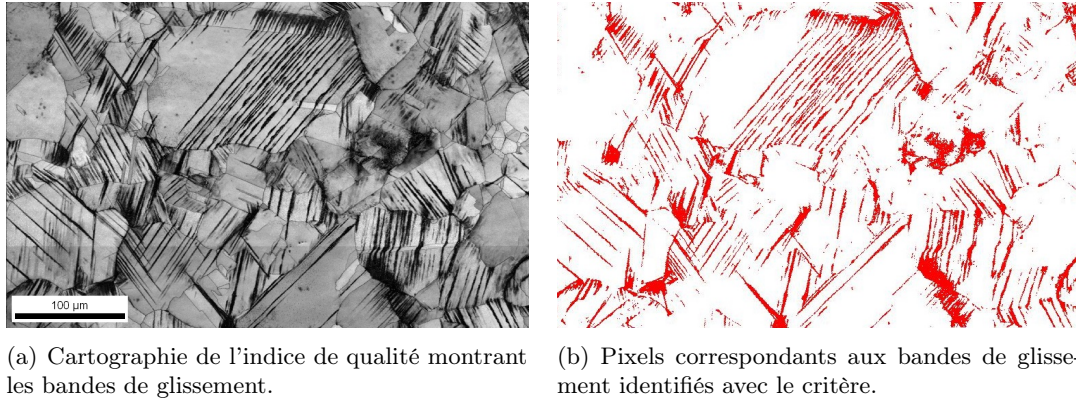


Figure 5.19 – Identification des pixels situés dans les bandes de glissement.

Pour une fréquence et un niveau de contrainte donnés deux zones ont été cartographiées par EBSD. En vue du traitement des données, les valeurs d'angles de désorientation calculées pour ces deux zones ont été réunies en une seule liste de valeurs. Pour ne pas introduire de biais dans l'analyse, il a été vérifié que pour tous les chargements considérés les tailles des listes sont sensiblement identiques.

Le traitement des données a été effectué de la façon suivante. Pour une fréquence et un niveau de contrainte fixés deux courbes ont été tracées :

- la courbe de la fonction de répartition de l'angle de désorientation θ^2 .
- la courbe de la probabilité de l'angle de désorientation.

Ces courbes ont été construites sur l'intervalle $[0^\circ; 5^\circ]$, puisqu'une désorientation de 5° définit un joint de grain (voir chapitre 2, section 2.4.2).

La courbe de la fonction de répartition de l'angle de désorientation s'obtient de la façon suivante :

1. les valeurs d'angles de désorientation θ_i , $i \in \{1, \dots, n\}$ sont classées par ordre croissant et un rang est affecté à chaque valeur ; la valeur la plus petite a le rang 1 et la plus grande a le rang n .
2. le nuage de points $(\theta_i, \frac{\text{rang}(\theta_i)-1}{n-1})$ est tracé et la courbe est obtenue par interpolation.

La courbe de la probabilité de l'angle de désorientation s'obtient de la façon suivante :

1. la répartition des valeurs d'angles de désorientation θ_i , $i \in \{1, \dots, n\}$ est représentée sous la forme d'un histogramme (la largeur des barres de l'histogramme a été fixée à $0,025^\circ$).
2. les sommets des barres des histogrammes sont reliés pour obtenir une courbe continue.

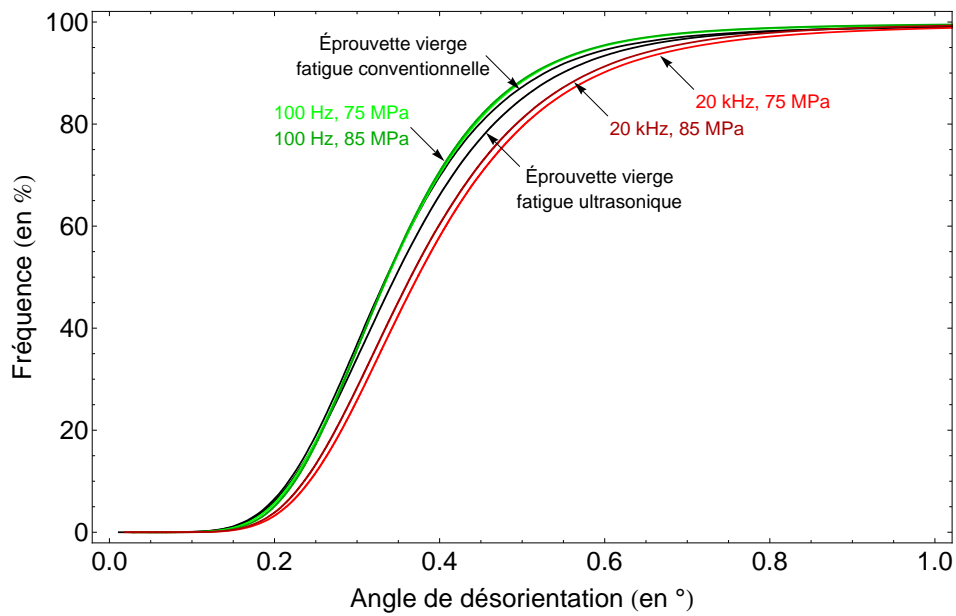
L'annexe D détaille la construction des courbes de la probabilité de l'angle de désorientation. Elle met aussi en évidence que les valeurs d'angles de désorientation sont

2. La fonction de répartition d'une variable θ associe à x la probabilité que $\theta \leq x$. Cette fonction est donc à valeurs dans l'intervalle $[0; 1]$.

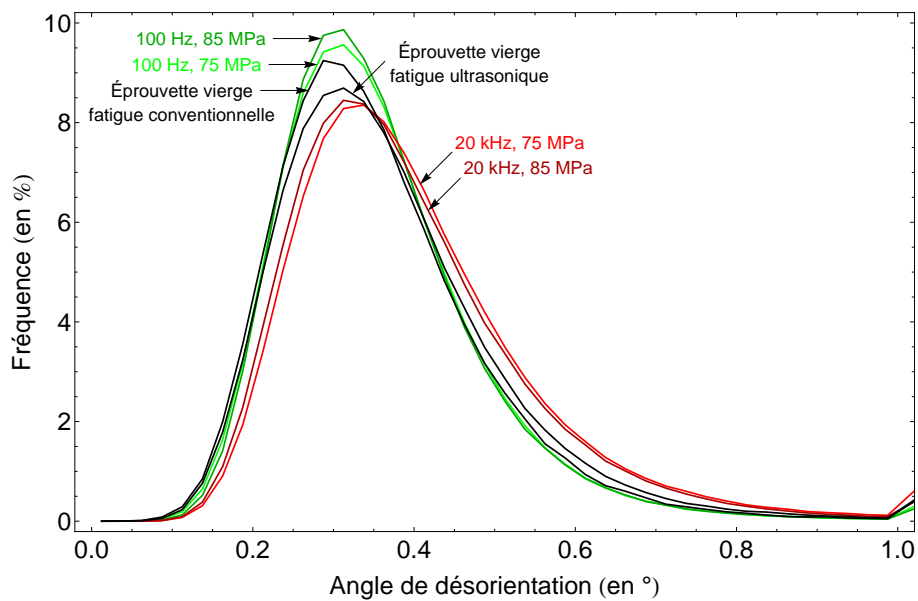
quasiment distribuées selon une loi log-normale.

Les courbes de la fonction de répartition de l'angle de désorientation et de la probabilité de l'angle de désorientation sont présentées figure 5.20. Ces courbes ont été tracées sur l'intervalle $[0^\circ; 1^\circ]$ car comme le montre la figure 5.20a quasiment 100 % des valeurs d'angles de désorientation sont inférieures à 1° . Les angles de désorientation calculés après essais de fatigue sont faibles ; la figure 5.20a montre qu'environ 60 % des valeurs sont comprises entre $0,2^\circ$ et $0,4^\circ$ et la figure 5.20b montre que l'angle de désorientation le plus fréquent vaut environ $0,3^\circ$.

Ces figures montrent aussi que la distribution des valeurs d'angles de désorientation varie très légèrement après essais de fatigue. Après essais de fatigue à 20000 Hz, les valeurs d'angles de désorientation ont très faiblement augmenté. En effet, les courbes de la fonction de répartition et de la probabilité de l'angle de désorientation obtenues après sollicitation sont décalées d'environ $0,025^\circ$ vers la droite par rapport aux courbes de référence pour le matériau non sollicité. En revanche les valeurs après essais de fatigue à 100 Hz sont très voisines de celles pour le matériau non sollicité et parfois même inférieures. La désorientation intragranulaire augmente donc très faiblement à haute fréquence. La pertinence de ces résultats sera discutée dans le chapitre 6.



(a) Fonction de répartition de l'angle de désorientation.



(b) Probabilité de l'angle de désorientation.

Figure 5.20 – Fonction de répartition et probabilité de l'angle de désorientation.

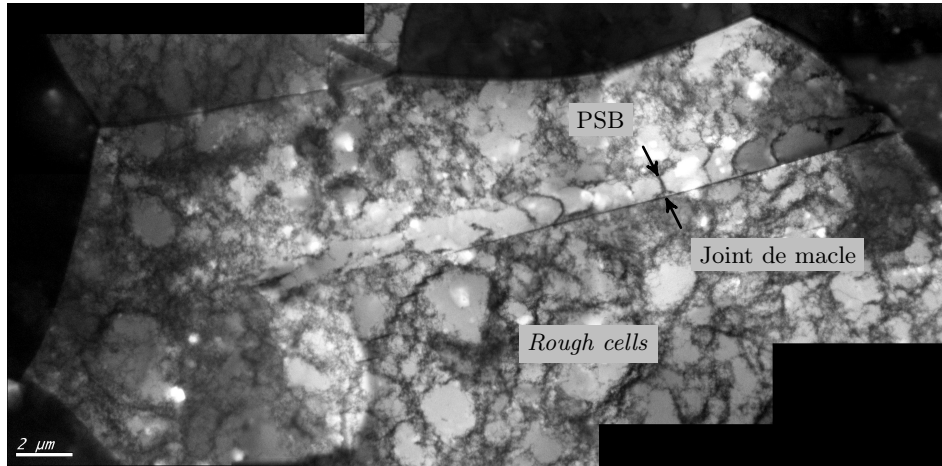
5.6 Structures de dislocations en fatigue

Les structures de dislocations après essais de fatigue à 100 et 20000 Hz ont été étudiées au MET par Ngoc-Lam PHUNG dans le cadre de son post-doctorat au LSPM *Analyse des structures de dislocations induites lors des essais de fatigue gigacyclique*³. Comme dans les sections précédentes, les essais de fatigue ont été réalisés pour des amplitudes de contrainte communes et pour un nombre de cycles de 10^6 afin de pouvoir comparer les résultats.

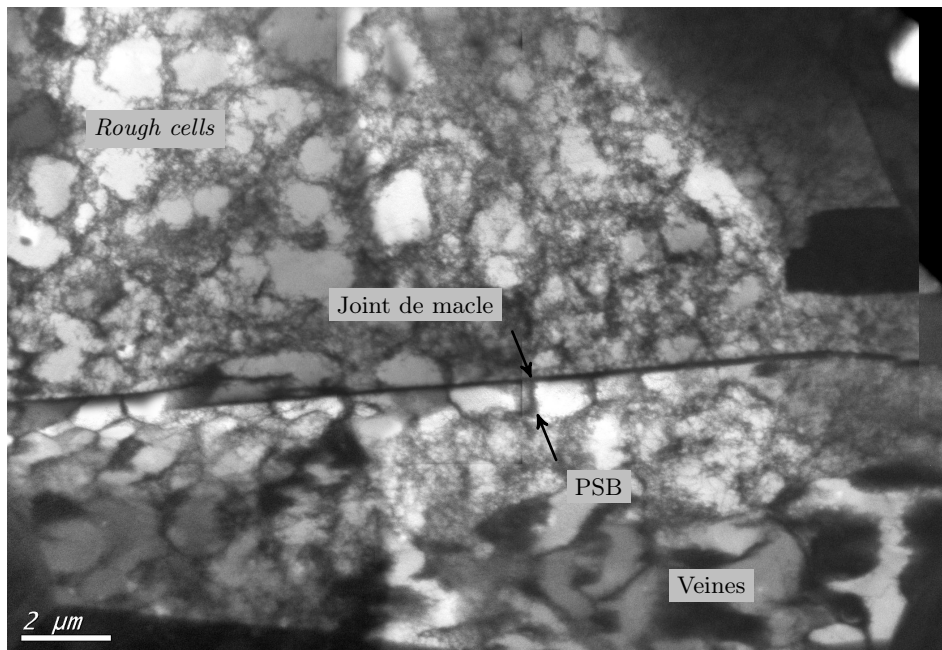
La figure 5.21a présente la structure de dislocations à 100 Hz pour une amplitude de contrainte de 65 MPa. La structure en échelle caractéristique des PSB est observée le long d'un joint de macles. Cette PSB correspond à une bande de type II, ce type de bandes étant largement majoritaire pour ce niveau de contrainte et ce nombre de cycles (voir figure 5.22a). La matrice est constituée de cellules grossières (*rough cells*). La figure 5.21b présente la structure de dislocations à 20000 Hz pour une amplitude de contrainte de 95 MPa. Comme précédemment la structure en échelle est observée le long d'un joint de macles. Cette PSB correspond à une bande de type II, ce type de bande est observé aussi fréquemment que le type I pour ce niveau de contrainte et ce nombre de cycles (voir figure 5.22b). La matrice est constituée de cellules grossières et de veines au voisinage des joints de grains.

Ces résultats montrent que les structures de dislocations observées à 100 Hz pour un niveau de contrainte donné sont similaires à celles observées à 20000 Hz pour un niveau de contrainte supérieur. Autrement dit, pour un nombre de cycles de 10^6 , la formation de structures en échelle similaires et donc la localisation de la déformation plastique requiert une amplitude de contrainte plus élevée à haute fréquence qu'à basse fréquence.

3. Ce post-doctorat s'inscrit dans le projet DISFAT.

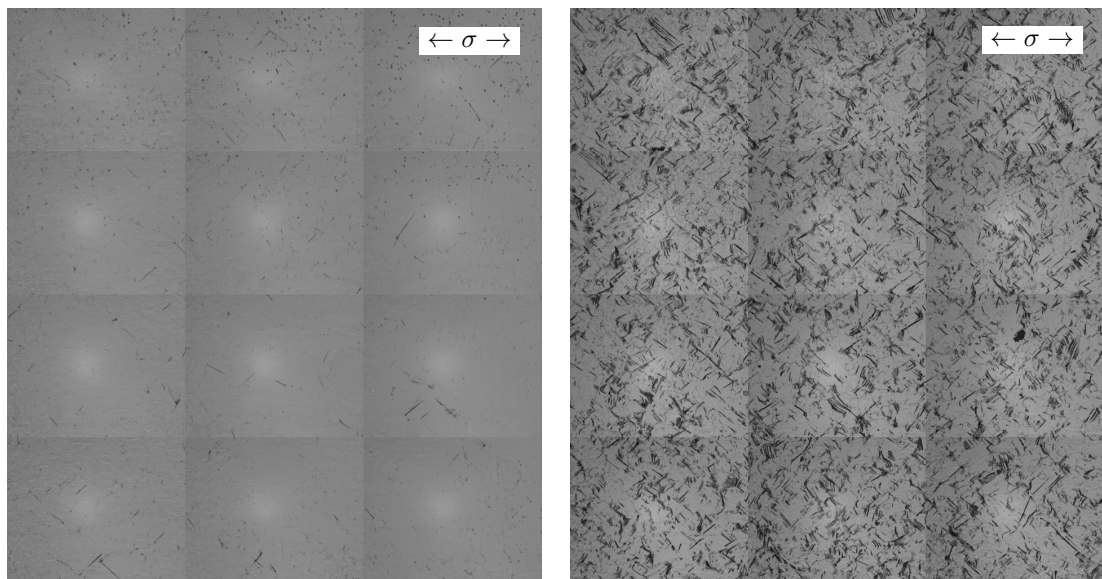


(a) $f = 100$ Hz, $\sigma = 65$ MPa.



(b) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 95$ MPa.

Figure 5.21 – Structures de dislocations après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz.



(a) $f = 100$ Hz, $\sigma = 65$ MPa. Les bandes de glissement sont majoritairement de type II.

(b) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 95$ MPa. Les bandes de glissement sont majoritairement de type I et II.

Figure 5.22 – Panoramas du centre des éprouvettes après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz. Ces panoramas ont approximativement les mêmes dimensions que les lames minces prélevées pour les observations au MET (dimensions de chaque panorama : environ 2 mm de côté).

5.7 Principales conclusions du chapitre

Les principales conclusions du chapitre sont les suivantes :

- les morphologies et la localisation au sein de la microstructure des bandes de glissement observées après essais de fatigue à basse et haute fréquence sont assez similaires ; les trois types de bandes I, II et III sont observés dans le même intervalle d'amplitudes de contrainte.
- les valeurs d'angles de désorientation intragranulaire augmentent très faiblement après essais de fatigue à haute fréquence alors qu'elles restent sensiblement identiques à basse fréquence. La pertinence de ces résultats sera discutée dans le chapitre 6.
- l'arrangement des dislocations en structures en échelle caractéristiques des PSB se produit à plus faible amplitude de contrainte à basse fréquence qu'à haute fréquence.
- pour une amplitude de contrainte fixée, le nombre de cycles nécessaire à l'apparition des bandes de glissement est plus élevé à haute fréquence qu'à basse fréquence. Inversement, pour un nombre de cycles fixé, l'amplitude de contrainte nécessaire à l'apparition des bandes de glissement est plus élevée à haute fréquence qu'à basse fréquence.
- pour des amplitudes de contrainte supérieures ou égales à 75 MPa le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles est plus rapide à basse fréquence qu'à haute fréquence. En dessous de ces amplitudes de contrainte, peu de bandes se développent.
- le nombre de bandes de glissement augmente avec la température.

Rappelons que les trois premiers résultats ont été établis à partir d'essais de 10^6 cycles.

Le chapitre suivant propose une discussion générale sur l'effet de la fréquence et l'effet de la température sur le comportement en fatigue du cuivre pur polycristallin à partir de l'ensemble des résultats expérimentaux présentés dans les chapitres 3 à 5.

Chapitre 6

Discussion générale

Sommaire

6.1	Introduction	191
6.2	Rappel des résultats	191
6.3	Discussion	192
6.3.1	Sensibilité à la vitesse de déformation	192
6.3.2	Premières bandes de glissement	196
6.3.3	Des calculs de désorientation intragranulaire aux structures de dislocations	202
6.3.4	Développement des bandes de glissement	203
6.3.5	Effet de la température	204

6.1 Introduction

Dans ce chapitre l'effet de la fréquence sur le comportement en fatigue du cuivre pur polycristallin est discuté à partir de l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus.

6.2 Rappel des résultats

- Pour une amplitude de contrainte fixée la durée de vie à haute fréquence est supérieure à celle à basse fréquence. Pour un nombre de cycles fixé la résistance à la fatigue à haute fréquence est supérieure à celle à basse fréquence.
- L'énergie dissipée au cours d'un cycle fournit un bon indicateur de l'activité plastique d'un matériau sollicité en fatigue. Pour un nombre de cycles de 10^6 l'énergie dissipée au cours d'un cycle est légèrement plus élevée à basse fréquence qu'à haute fréquence.

- Les bandes de glissement observées à basse et haute fréquence ont des morphologies similaires et les trois types de bandes I, II et III sont observés à basse et à haute fréquence pour des amplitudes de contrainte voisines.
- Pour une amplitude de contrainte fixée le nombre de cycles nécessaire à l'apparition des bandes de glissement à haute fréquence est supérieur à celui à basse fréquence. Pour un nombre de cycles fixé l'amplitude de contrainte nécessaire à l'apparition des bandes de glissement à haute fréquence est supérieure à celle à basse fréquence.
- La fraction de la surface couverte par les bandes de glissement à haute fréquence est plus faible que celle à basse fréquence.
- Pour un nombre de cycles de 10^6 la localisation de la déformation plastique en PSB se produit à plus faible amplitude de contrainte à basse fréquence qu'à haute fréquence.

6.3 Discussion

6.3.1 Sensibilité à la vitesse de déformation

Les essais de compression à différentes vitesses de déformation ont montré que le cuivre pur polycristallin est peu sensible à la vitesse de déformation. En effet, le coefficient de sensibilité logarithmique à la vitesse de déformation vaut environ 0,01. Il est bien connu que les matériaux ductiles monophasés de structure CFC sont moins sensibles à la vitesse de déformation que les matériaux de structure CC à cause de leur plus faible frottement de réseau. Dans le cas du cuivre étudié le mouvement des dislocations est limité par deux grands types d'obstacles : le frottement de réseau et les interactions entre dislocations. Les joints de grains sont considérés comme des obstacles infranchissables par les dislocations. À titre indicatif le tableau 6.1 donne l'énergie d'activation ΔG_0 nécessaire pour franchir les deux types d'obstacles précédemment cités sans l'aide d'une contrainte extérieure. Il donne également la contrainte τ requise pour franchir ces deux obstacles sans aide de l'activation thermique. À titre de comparaison, la même information est donnée pour le glissement dévié.

Il faut souligner que la vitesse de déformation n'est pas constante au cours d'un cycle de fatigue. Pour une éprouvette de fatigue soumise à une contrainte $\sigma(t) = \sigma \sin(\omega t)$ et dont le comportement à l'échelle macroscopique est supposé élastique, l'expression de la vitesse de déformation est :

$$\dot{\epsilon}(t) = \frac{\sigma\omega}{E} \cos(\omega t) \quad (6.1)$$

où E désigne le module de YOUNG. Afin de pouvoir faire des comparaisons entre les résultats des essais monotones à vitesse de déformation constante et les résultats des essais de fatigue à une fréquence fixée, nous calculerons la valeur moyenne sur un cycle

Type d'obstacle	ΔG_0	τ à 0 K
Frottement de réseau	$\simeq 0,05Gb^3$ soit 0,24 eV [Hull & Bacon, 2001]	$\simeq 10^{-5}G$ soit 0,5 MPa [Hull & Bacon, 2001]
Dislocations forêt	$\simeq (0,2 - 1)Gb^3$ soit 0,98 – 4,88 eV [Frost & Ashby, 1982]	$\simeq \frac{Gb}{l}$ soit 12,5 MPa [Frost & Ashby, 1982]
Glissement dévié	$1,15 \pm 0,37$ eV [Bonneville et al., 1988]	90 MPa calculé d'après [Bonneville et al., 1988]

Tableau 6.1 – Énergie d'activation ΔG_0 et contrainte τ requises pour franchir différents types d'obstacles calculés pour le cuivre (module de cisaillement : $G = 50000$ MPa, vecteur de BÜRGERS : $b = 2,5 \cdot 10^{-10}$ m, distance entre obstacles pour un matériau recuit : $l = 1$ μ m).

de fatigue de la valeur absolue de la vitesse de déformation¹. Pour un essai de fatigue à la fréquence f , celle-ci peut se calculer à partir de la relation (6.1) de la façon suivante :

$$\tilde{\epsilon}(f) = \frac{4}{T} \int_0^{\frac{T}{4}} \dot{\epsilon}(t) dt = 4f \frac{\sigma}{E}$$

où $T = \frac{1}{f}$ désigne la période de l'essai. Par la suite la grandeur $\tilde{\epsilon}(f)$ sera appelée vitesse de déformation équivalente. Il faut noter que cette grandeur peut aussi être vue comme la vitesse de déformation associée à un signal triangulaire pour lequel l'amplitude de contrainte et la période seraient identiques à celles du signal sinusoïdal. La vitesse de déformation équivalente pour un essai de fatigue à 100 Hz est donc 200 fois plus faible que celle à 20000 Hz. À titre indicatif, pour une amplitude de contrainte de 85 MPa les vitesses de déformation équivalentes calculées pour un essai de fatigue à 100 et 20000 Hz valent respectivement $0,26 \text{ s}^{-1}$ et $52,3 \text{ s}^{-1}$.

Malgré un rapport de 200 entre les vitesses de déformation équivalentes, les contraintes d'écoulement associées varient peu avec la vitesse de déformation. À titre d'exemple pour une déformation totale de 5 % quand la vitesse de déformation est multipliée par 200 les contraintes d'écoulement augmentent de 5 %.

Pour comprendre l'effet de fréquence sur les courbes de WÖHLER à travers la sensibilité à la vitesse de déformation, les courbes de WÖHLER ont été normalisées de deux façons :

- d'une part l'amplitude de contrainte pour une fréquence donnée f a été divisée par la contrainte d'écoulement à 0,2 % de déformation plastique (aussi appelée limite élastique à 0,2 % de déformation plastique) obtenue pour une vitesse de déformation de $\tilde{\epsilon}(f)$. Il faut préciser que les valeurs des limites élastiques à 0,2 % de déformation plastique ne peuvent pas être déterminées à partir des essais dynamiques avec des barres de Hopkinson car pour ce niveau de déformation les déformations ne sont pas

1. Il est nécessaire de travailler en valeur absolue car la valeur moyenne d'un signal sinusoïdal sur une période est nulle.

homogènes dans l'éprouvette. Il a été vu que la vitesse de déformation équivalente calculée pour un essai de fatigue à 20000 Hz vaut $52,3 \text{ s}^{-1}$ (le logarithme de la vitesse de déformation vaut alors $1,7 \text{ s}^{-1}$). Les limites élastiques à 0,2 % de déformation plastique pour cette vitesse de déformation ont donc été déterminées à partir des essais quasi-statiques par extrapolation (voir figure 6.1).

- d'autre part l'amplitude de contrainte pour une fréquence donnée f a été divisée par la contrainte d'écoulement pour 5 % de déformation obtenue pour une vitesse de déformation de $\tilde{\epsilon}(f)$.

Ces courbes normalisées sont présentées sur la figure 6.2. Dans les deux cas un écart subsiste entre les résultats à haute et à basses fréquences ; la sensibilité à la vitesse de déformation ne permet donc pas d'expliquer complètement l'effet de fréquence constaté sur le comportement en fatigue du cuivre pur polycristallin. Il faut rester prudent quant à l'utilisation des courbes de sensibilité à la vitesse de déformation pour prédire un effet de fréquence sur le comportement en fatigue. En effet, les courbes de sensibilité à la vitesse de déformation sont obtenues avec des essais monotones où la déformation plastique est établie à l'échelle macroscopique. En revanche, en fatigue VHCF les déformations appliquées sont beaucoup plus faibles (le comportement de l'éprouvette est supposé élastique à l'échelle macroscopique), quelques grains présentent des bandes de glissement et la déformation est beaucoup plus localisée. Les essais monotones et les essais de fatigue deviennent plus comparables dans le domaine de la fatigue plastique oligocyclique, domaine pour lequel les amplitudes de contraintes sont supérieures à la limite d'élasticité et donc où les déformations sont plus élevées. On peut d'ailleurs remarquer qu'en se rapprochant de ce domaine, quand le nombre de cycles diminue l'effet de fréquence constaté sur les courbes de WÖHLER tend à se réduire.

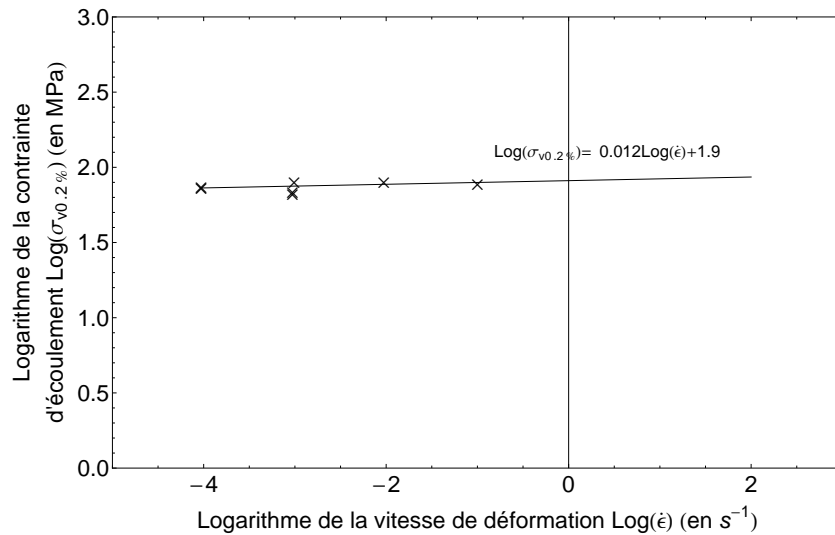
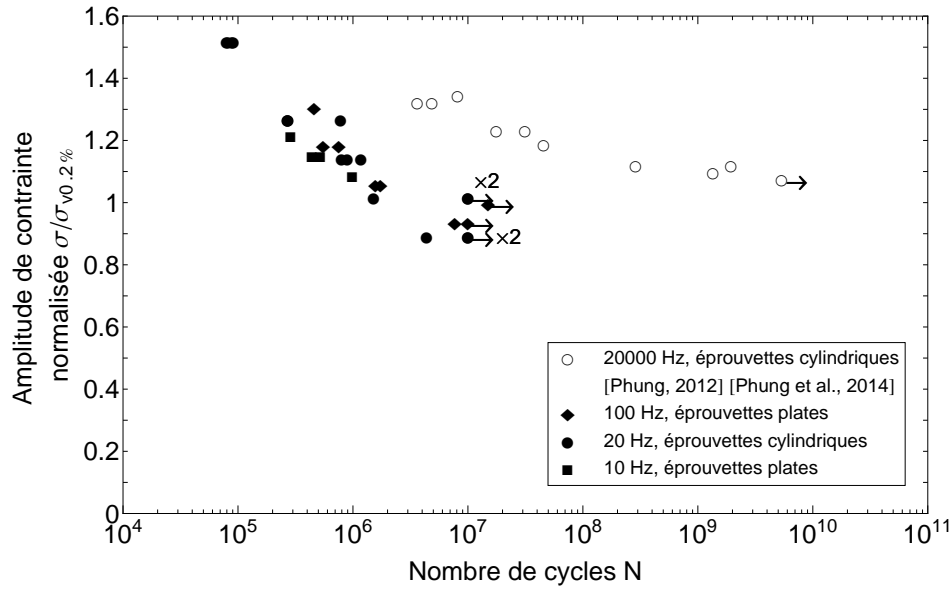
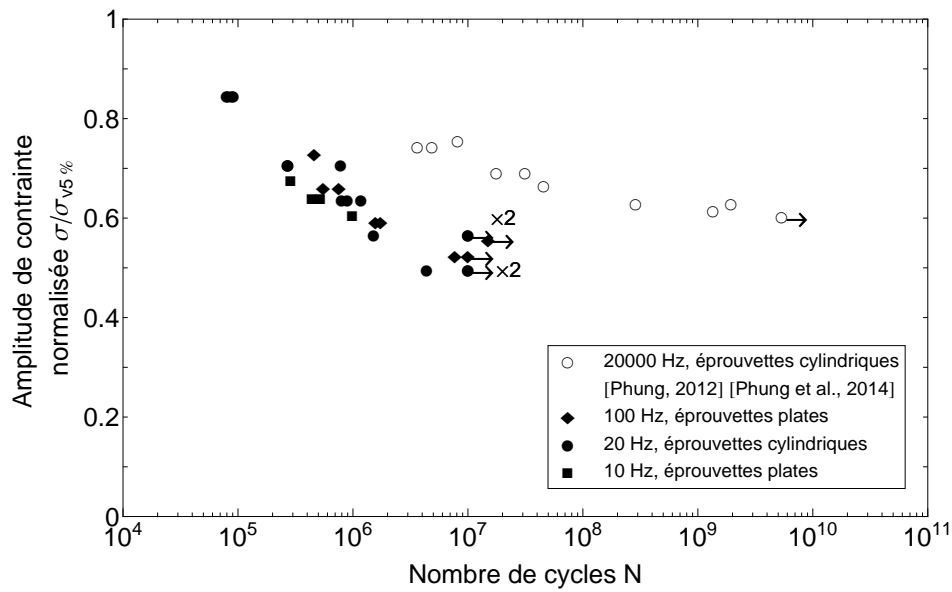


Figure 6.1 – Détermination de la limite élastique à 0,2 % de déformation plastique pour une vitesse de déformation de $52,3 \text{ s}^{-1}$ (soit une valeur en log de $1,7 \text{ s}^{-1}$) à partir des essais quasi-statiques par extrapolation.



(a) Courbe de WÖHLER normalisée avec la limite élastique à 0,2 % de déformation plastique.



(b) Courbe de WÖHLER normalisée avec la contrainte d'écoulement à 5 % de déformation.

Figure 6.2 – Courbes de WÖHLER normalisées.

6.3.2 Premières bandes de glissement

L'étude des seuils d'apparition des premières bandes de glissement en termes d'amplitude de contrainte et de nombre de cycles a montré que pour une amplitude de contrainte fixée les bandes de glissement apparaissent pour un nombre de cycles plus faible à basse fréquence. Ce résultat montre que l'irréversibilité du glissement ainsi que la localisation de la déformation en bandes de glissement sont plus importantes à basse fréquence. L'étude du développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles confirme ce résultat puisqu'il a été montré que pour une amplitude de contrainte fixée la fraction de surface recouverte par des bandes de glissement augmente plus rapidement avec le nombre de cycles à basse fréquence. Deux facteurs peuvent expliquer ce phénomène : le glissement dévié et la production et diffusion de lacunes. Les rôles de ces deux facteurs sont analysés ci-après à l'aide de trois modèles de la littérature utilisés de manière simplifiée.

• Modèle fondé sur le glissement dévié (aspect probabilité)

Il a été vu au chapitre 1 que l'irréversibilité du glissement est favorisée par le glissement dévié [Suresh, 1998]. De plus, des simulations en dynamique discrète des dislocations ont montré le rôle du glissement dévié dans la formation des structures de dislocations [Déprés, 2004]. Le glissement dévié est un mécanisme thermiquement activé c'est-à-dire que la probabilité qu'il s'active augmente quand la température croît ou quand le temps laissé pour l'activation de ce mécanisme augmente [Hull & Bacon, 2001]. L'activation du glissement dévié est aussi traitée comme un processus aléatoire. Dans les travaux de [Déprés, 2004] en dynamique discrète des dislocations une probabilité de glissement dévié P est calculée à chaque pas de temps par la formule (relation (1.1) du chapitre 1) :

$$P = \beta \frac{l}{l_0} \frac{\delta t}{t_0} \exp \left(\frac{\tau_{\text{dév}}(t) - \tau_{III}(T)}{kT} V_{\text{act}} \right)$$

avec :

- β un coefficient de normalisation assurant que P est comprise entre 0 et 1.
- $\frac{l}{l_0}$ le rapport de la longueur du segment vis considéré l sur une longueur de référence l_0 (cette longueur de référence est prise égale à $1 \mu\text{m}$).
- $\frac{\delta t}{t_0}$ le rapport du pas de temps δt sur un temps de référence t_0 (ce temps de référence est pris égal à 1 s). Il faut préciser que le pas de temps est choisi de façon empirique pour assurer une cinématique correcte des segments dislocations (ce pas de temps a été fixé à 2.10^{-10} s).
- $\tau_{\text{dév}}(t) - \tau_{III}(T)$ compare la cission résolue sur le plan dévié $\tau_{\text{dév}}$ à une cission de référence. Cette cission de référence est prise égale à la cission de début d'apparition du stade III τ_{III} en traction monotone. Pour le cuivre elle est fonction de la température T et vaut $\tau_{III}(T) = G (1,8.10^{-3} - 2,98.10^{-6}T)$ où G représente le module de cisaillement.
- k la constante de BOLTZMANN.

- V_{act} le volume d'activation (égal à $300b^3$ dans le cas du cuivre où b représente le vecteur de BÜRGERS).

On peut aisément montrer qu'au cours d'un cycle, la durée pour laquelle $\tau_{dév}$ est supérieure à une contrainte critique τ_c vaut :

$$\Delta t_{1 \text{ cycle}} = \left(1 - \frac{2 \arcsin \left(\frac{\tau_c}{\tau_{dév}} \right)}{\pi} \right) \frac{1}{f}$$

où f représente la fréquence d'essai. Au cours d'un cycle la durée pour laquelle $\tau_{dév}$ est supérieure à une contrainte critique τ_c pour une fréquence d'essai de 100 Hz est 200 fois supérieure à celle pour une fréquence d'essai de 20000 Hz. Ce rapport 200 est conservé quel que soit le nombre de cycles de l'essai. Ainsi la probabilité P d'activer le glissement dévié à 100 Hz est supérieure à celle à 20000 Hz. Il faut noter que pour une durée d'une seconde, la durée pour laquelle $\tau_{dév}$ est supérieure à une contrainte critique τ_c vaut :

$$\Delta t_{1 \text{ s}} = f \Delta t_{1 \text{ cycle}}$$

Ainsi pour une durée d'une seconde la durée cumulée pour laquelle $\tau_{dév}$ est supérieure à une contrainte critique τ_c est identique quelle que soit la fréquence d'essai. Cependant à 100 Hz les phases où $\tau_{dév}$ est supérieure à τ_c sont moins nombreuses mais plus longues, ce qui peut favoriser l'activation du glissement dévié.

Pour obtenir les mêmes probabilités d'activation du glissement dévié nécessaire à l'apparition des premières bandes pour des fréquences de 100 Hz et de 20000 Hz il faut une durée identique T d'activation du glissement dévié c'est-à-dire des nombres de cycles $N_{100 \text{ Hz}}$ et $N_{20000 \text{ Hz}}$ tels que :

$$T = \Delta t_{1 \text{ cycle à } 100 \text{ Hz}} \times N_{100 \text{ Hz}} = \Delta t_{1 \text{ cycle à } 20000 \text{ Hz}} \times N_{20000 \text{ Hz}}$$

On en déduit le rapport des nombres de cycles :

$$\frac{N_{20000 \text{ Hz}}}{N_{100 \text{ Hz}}} = 200$$

Selon ce modèle il y a donc une différence de 2,3 décades entre le nombre de cycles nécessaire pour faire apparaître les premières bandes à 100 Hz et celui à 20000 Hz. Ce résultat est en bon accord avec nos résultats expérimentaux (voir figure 6.3a).

• Modèle fondé sur le glissement dévié (aspect irréversibilité)

Le rôle du glissement dévié peut également être étudié à travers un modèle issu des travaux de [Déprés, 2004]. L'évolution du relief de surface avec le nombre de cycles a été étudiée à partir de résultats de simulations en dynamique discrète des dislocations (DDD). Ces travaux quantifient l'évolution du degré d'irréversibilité du glissement. Ce degré d'irréversibilité est quantifié à travers une déformation plastique accumulée sur la

surface d'un grain notée $\gamma_{p,irr,cum}^{surf}$ et définie comme l'aire des marches à la surface du grain, ces marches étant générées par l'émergence de dislocations, divisée par l'aire du grain. L'évolution de cette quantité avec le nombre de cycles N est décrite par l'équation [Déprés, 2004] :

$$\gamma_{p,irr,cum}^{surf}(N) = k \frac{h_g}{D_g} \epsilon^P \sqrt{N}$$

où h_g représente la profondeur du grain, D_g le diamètre du grain, ϵ^P l'amplitude de déformation plastique et k une constante. L'aire des marches à la surface du grain est directement proportionnelle à la hauteur h des extrusions. Ainsi, en regroupant toutes les constantes dans un terme appelé α , la hauteur des extrusions peut s'écrire à partir de la relation précédente :

$$h(N) = \alpha \epsilon^P \sqrt{N}$$

Les mesures de température ont montré que l'énergie dissipée au cours d'un cycle est un peu plus élevée à basse fréquence qu'à haute fréquence (voir chapitre 4, section 4.3.4). Ces calculs d'énergie dissipée ont permis d'estimer une borne inférieure des amplitudes de déformation plastique. Ces amplitudes sont environ deux fois supérieures à basse fréquence que celles à haute fréquence. En supposant que les bandes sont détectées au microscope lorsque leur hauteur atteint une hauteur critique h_c il est possible de calculer le nombre de décades entre l'apparition des bandes à 100 et à 20000 Hz :

$$h_c = \alpha \epsilon_{100 \text{ Hz}}^P \sqrt{N_{100 \text{ Hz}}} = \alpha \epsilon_{20000 \text{ Hz}}^P \sqrt{N_{20000 \text{ Hz}}}$$

comme $\epsilon_{100 \text{ Hz}}^P \simeq 2 \epsilon_{20000 \text{ Hz}}^P$ il vient :

$$\frac{N_{20000 \text{ Hz}}}{N_{100 \text{ Hz}}} = 4$$

ce qui représente 0,6 décade. L'écart calculé avec ce modèle est inférieur à celui observé expérimentalement (voir figure 6.3b).

• Modèle fondé sur la production et diffusion de lacunes

Le second facteur est la production et diffusion de lacunes. En effet, il est important de noter que la durée d'un essai de fatigue pour un nombre de cycles fixé est plus longue à basse fréquence qu'à haute fréquence. Par exemple, un essai de fatigue jusqu'à 10^6 cycles dure 50 s à 20000 Hz contre 3 heures à 100 Hz. Les mécanismes de diffusion peuvent être affectés par ces différentes durées. En particulier, le rôle de la diffusion de lacunes dans la formation des extrusions a été souligné [Polák, 1987] [Polák & Man, 2014]. Le modèle analytique de [Polák & Sauzay, 2009] de diffusion de lacunes permet de calculer l'évolution des hauteurs h des extrusions avec le nombre de cycles N . Deux cas extrêmes sont distingués :

- à moyenne ou haute température, quand la diffusion de lacunes est importante :

$$\frac{dh}{dN} = pL$$

- à plus basse température, quand la diffusion de lacune est faible :

$$\frac{dh}{dN} = \frac{2pL}{w} \sqrt{\frac{D_V \tau}{A}}$$

avec $D_V = \sqrt{6}b^2\nu \exp\left(\frac{-E_M}{kT}\right)$ la diffusivité de lacunes, p le taux de production de lacunes, L la profondeur de la PSB, w sa largeur, τ l'inverse de la fréquence de sollicitation, A le coefficient d'annihilation de lacunes, b la distance entre deux atomes voisins, ν la fréquence de DEBYE, E_M l'énergie de migration d'une lacune ou d'un atome, k la constante de BOLTZMANN et T la température absolue. Les paramètres matériau utilisés pour le cuivre valent : $p = 8,9.10^{-7}$ /cycle, $A = 2,5.10^{-3}$, $b = 2,5.10^{-10}$ m, $\nu = 1,04.10^{13}$ Hz et $E_M = 0,74$ eV [Polák & Man, 2014].

Les plages de température pour lesquelles ces deux formules sont valables ne sont pas directement précisées dans l'article. Elles dépendent notamment de la fréquence de sollicitation. Pour en avoir un ordre de grandeur, nous les avons estimées à partir des paramètres matériaux mentionnés pour le cuivre. Ces estimations montrent que dans le cadre de nos essais c'est la seconde relation qui permet de décrire l'évolution des hauteurs des extrusions (cette relation est valable pour des températures inférieures à 450 K).

Pour les amplitudes de contraintes appliquées lors de la détermination des seuils de premières bandes, les valeurs des échauffements mesurés sont faibles ; le coefficient D_V pourra donc être supposé identique pour les essais à haute et à basse fréquence. De plus, en supposant que les paramètres p , L , w , D_V et A sont indépendants du nombre de cycles et de la fréquence, cette relation montre que la croissance des extrusions est d'autant plus élevée que la fréquence d'essai est faible. En intégrant cette relation, l'évolution des hauteurs des extrusions peut se mettre sous la forme :

$$h(N) = \alpha \frac{N}{\sqrt{f}}$$

où α est une constante. En supposant que les bandes sont détectées au microscope optique lorsque leur hauteur atteint une hauteur critique h_c il est possible de calculer le nombre de décades entre l'apparition des bandes à 100 Hz et à 20000 Hz. Cette hauteur critique vaut :

$$h_c = \alpha \frac{N_{100 \text{ Hz}}}{\sqrt{100}} = \alpha \frac{N_{20000 \text{ Hz}}}{\sqrt{20000}}$$

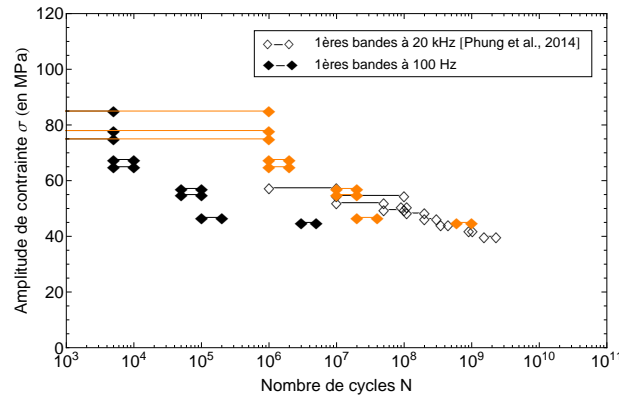
soit :

$$\frac{N_{20000 \text{ Hz}}}{N_{100 \text{ Hz}}} = \sqrt{200} \simeq 14$$

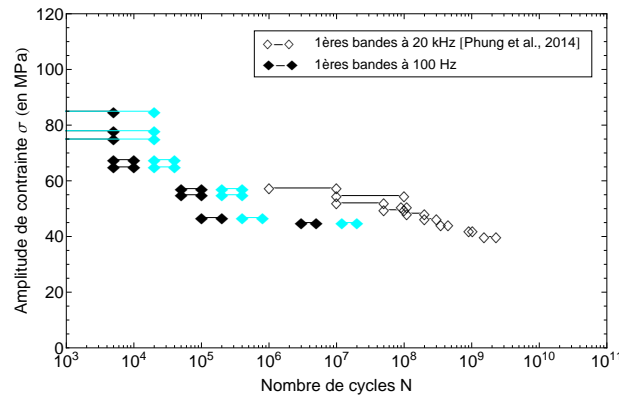
soit 1,15 décades. L'écart observé sur la courbe des premières bandes correspond à environ deux décades, le phénomène de production et diffusion de lacunes ne permet donc pas seul d'expliquer cet écart (voir figure 6.3c).

- **Synthèse**

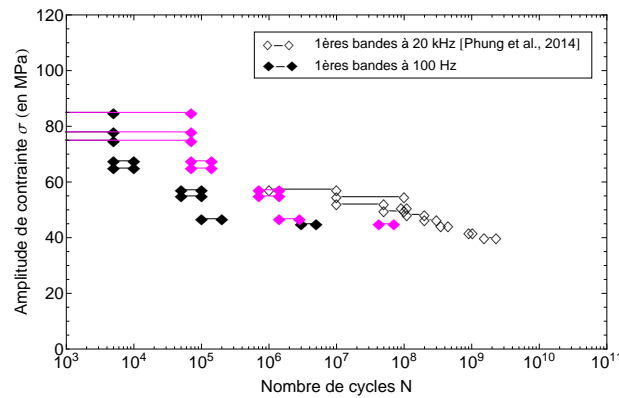
Il a été montré à l'aide de modèles de la littérature utilisés de manière simplifiée que les mécanismes de glissement dévié et de production et diffusion de lacunes peuvent expliquer le « retard » en nombre de cycles des premières bandes de glissement à haute fréquence. Il faut préciser que les contributions de ces deux mécanismes sont couplées (elles sont difficiles à découpler) et peuvent dépendre de l'amplitude de contrainte. L'apparition des bandes de glissement pour un nombre de cycles plus faible à basse fréquence justifie que les durées de vie à basse fréquence soient inférieures à celles à haute fréquence puisqu'il a été vu au chapitre 1 que la formation des PSB est le mécanisme précurseur de l'amorçage de fissures.



(a) Modèle fondé sur le glissement dévié (aspect probabilité).



(b) Modèle fondé sur le glissement dévié (aspect irréversibilité).



(c) Modèle fondé sur la production et diffusion de lacunes.

Figure 6.3 – Courbes des premières bandes à 100 Hz et à 20000 Hz pour le cuivre pur polycristallin. En noir et blanc : courbes expérimentales. En couleur : courbes des premières bandes à 20000 Hz prédites par les différents modèles. Pour cela, les courbes expérimentales des premières bandes à 100 Hz ont été décalées du nombre de décades calculés avec les différents modèles entre l'apparition des bandes à 100 Hz et à 20000 Hz.

6.3.3 Des calculs de désorientation intragranulaire aux structures de dislocations

Les calculs de désorientation intragranulaire sont assez fréquemment utilisés pour caractériser le comportement de matériaux soumis à des sollicitations thermo-mécaniques ; ils permettent d'obtenir des informations quantitatives sur la densité de dislocations et sur leur répartition. Ces calculs sont principalement menés pour des sollicitations mécaniques monotones et pour lesquelles les déformations totales valent quelques pourcents [Wauthier, 2008] [Kamaya, 2009b]. Ils sont également utilisés en fatigue et plus particulièrement dans le domaine LCF pour lequel les amplitudes de déformation restent assez élevées et de l'ordre de 0,5 % [Kamaya, 2009a]. En revanche, les travaux présentant de tels calculs en fatigue HCF sont plus rares car les valeurs de désorientation intragranulaire avant et après essais de fatigue sont très voisines ; les désorientations sont de l'ordre de $0,4^\circ$ en moyenne [Guenneec et al., 2014].

Comme cela a été souligné au chapitre 5 les valeurs de désorientation intra-granulaire calculées dans ce travail de thèse après essais de fatigue de 10^6 cycles sont très faibles puisque le pic est à $0,3^\circ$. Ces valeurs sont du même ordre de grandeur que celles obtenues en fatigue HCF pour un acier bas carbone [Guenneec et al., 2014]. De plus, la distribution des valeurs des angles de désorientations dans ce travail de thèse est de type log-normale comme dans les travaux de [Kamaya, 2009a].

Bien que ces valeurs soient faibles un écart est observé dans leur distribution après essais de fatigue à 100 et à 20000 Hz. Les valeurs de désorientation intra-granulaire calculées à 20000 Hz augmentent par rapport à celles calculées pour le matériau non-sollicité. Quant aux valeurs de désorientations intra-granulaire calculées à 100 Hz elles sont très voisines de celles calculées pour le matériau non-sollicité et parfois même inférieures. Ce phénomène peut paraître étonnant au premier abord mais il a également été observé dans le cas d'un acier bas carbone sollicité en fatigue [Guenneec et al., 2014]. Cette diminution de la désorientation intra-granulaire après essais de fatigue n'est pas due à un effet adoucissant puisque d'une part il a été vu que le cuivre a un comportement durcissant (voir chapitre 3) et d'autre part l'estimation des amplitudes de déformation plastique à partir des mesures de température montrent que ces amplitudes sont très faibles à 10^6 cycles (voir chapitre 4). Cette diminution de la désorientation intra-granulaire et plus généralement l'écart entre les valeurs calculées à haute et basse fréquence suggèrent que les structures de dislocations à ces deux fréquences sont différentes. De plus, les valeurs de désorientations plus faibles calculées à basse fréquence suggèrent une localisation de la déformation plastique plus accentuée à basse fréquence.

Quelques travaux de la littérature montrent que les structures de dislocations observées à basse et haute fréquence sont identiques [Awatani et al., 1970] [Buchinger & Stanzl, 1984]. Les travaux de [Buchinger & Stanzl, 1984] sur des monocristaux de cuivre sollicités en fatigue ultrasonique montrent que les PSB ont des structures de dislocations similaires à celles observées sur des monocristaux de cuivre à faible fréquence (de l'ordre de 0,15 Hz) par [Mughrabi et al., 1979] [Laird et al., 1986] ; elles consistent en des structures en échelles entourées de la structure *loop-patch*. Ces observations au MET sont généralement faites en profondeur alors que les calculs de KAM

suggérant des différences de structures de dislocation proviennent de l'analyse EBSD et concernent donc une fine couche située en surface. Des différences de structures de dislocations existent probablement entre la surface et le cœur ce qui explique que certains auteurs affirment que les structures de dislocations sont identiques à basse et haute fréquence.

6.3.4 Développement des bandes de glissement

L'étude du développement des bandes de glissement en fonction du nombre de cycles a montré que le développement des bandes avec le nombre de cycles est plus rapide à 100 Hz qu'à 20000 Hz. De plus, les fractions de surface recouverte par des bandes à 20000 Hz tendent à se stabiliser pour les trois amplitudes de contrainte étudiées (65, 75 et 85 MPa). En revanche, la fraction de surface recouverte par des bandes à 100 Hz pour une amplitude de contrainte de 85 MPa ne montre pas de stabilisation. Dans le cas des essais à 20000 Hz, l'épaississement des bandes de glissement est la principale évolution qui est constatée alors qu'à 100 Hz en plus de ce phénomène d'épaississement de nouvelles bandes sont créées tout au long du cyclage. Les travaux de [Déprés, 2004] ont montré qu'il existe une densité limite de dislocations dans les zones à forte densité comme les bandes de glissement. Lorsque cette densité est atteinte dans une zone, une autre zone à forte densité commence à se développer. Ces constats expérimentaux associés aux travaux de [Déprés, 2004] tendent à montrer que la localisation de la déformation plastique et l'irréversibilité du glissement sont plus importantes à basse fréquence.

Cette étude ne donne pas d'informations directes sur la hauteur des bandes. Néanmoins plusieurs constats expérimentaux tendent à montrer que la hauteur des bandes à basse fréquence est plus élevée que celle à haute fréquence. Tout d'abord à la fréquence de 100 Hz, pour un nombre de cycles de 10^6 et une amplitude de contrainte de 85 MPa, la fraction de surface recouverte par des bandes vaut en moyenne 12 %. Ce nombre de cycles correspond aux deux tiers de la durée de vie puisque pour cette fréquence et cette amplitude de contrainte la durée de vie est de l'ordre de $1,5 \cdot 10^6$ cycles. En fatigue ultrasonique, pour un nombre de cycles de $5 \cdot 10^6$ et une amplitude de contrainte de 85 MPa, la fraction de surface recouverte par des bandes est similaire et vaut en moyenne 12 %. En suivant la même logique que pour les essais à basse fréquence, les éprouvettes auraient dû se rompre pour un nombre de cycles de $1,5 \times 5 \cdot 10^6 = 7,5 \cdot 10^6$ cycles. Or les éprouvettes ne se sont pas rompues à 10^7 cycles. Ceci pourrait être expliqué par le fait que le relief des bandes à basse fréquence est plus prononcé que celui des bandes à haute fréquence favorisant ainsi l'amorçage de fissures.

Les résultats des travaux de [Stanzl-Tschegg et al., 2007] et [Agbessi, 2013] vont dans ce sens. Les travaux de [Stanzl-Tschegg et al., 2007] s'attachent à décrire l'évolution du pourcentage du nombre de grains contenant des bandes après essais de fatigue ultrasonique dans le domaine VHCF. Les travaux de [Agbessi, 2013] donnent également un pourcentage du nombre de grains contenant des bandes après essais de fatigue de 10^6 cycles sur machine de fatigue conventionnelle, mais ils ne décrivent pas l'évolution de ce pourcentage. Les travaux de [Agbessi, 2013] montrent qu'après essais de fatigue à 20 Hz pour un nombre de cycles de 10^6 et une amplitude de contrainte de 85 MPa, le pourcentage de

grains présentant des bandes de glissement vaut 30 %. Ce nombre de cycles correspond aux deux tiers de la durée de vie puisque d'après les travaux de [Agbessi, 2013] pour cette fréquence et cette amplitude de contrainte la durée de vie est de $1,5 \cdot 10^6$ cycles. Les travaux de [Stanzl-Tschegg et al., 2007] montrent que pour observer 30 % de grains plastifiés à 20000 Hz il faut appliquer une amplitude de contrainte de 57 MPa pendant environ $2 \cdot 10^9$ cycles. En suivant la même logique que pour les travaux à 20 Hz de [Agbessi, 2013], les éprouvettes auraient dû se rompre pour un nombre de cycles de $1,5 \times 2 \cdot 10^9 = 3 \cdot 10^9$ cycles or la durée de vie à 20000 Hz pour une amplitude de contrainte de 57 MPa est bien plus élevée puisque les travaux de [Stanzl-Tschegg et al., 2007] montrent que la résistance à la fatigue à 10^{10} cycles est de 92 MPa.

Enfin, il faut signaler que les analyses EBSD menées au chapitre 5 ont montré que l'indexation des bandes de glissement était plus difficile à basse fréquence (voir annexe C) ce qui suggère des différences de relief. Ce phénomène pourrait aussi s'expliquer par des différences de structures de dislocations au sein de ces bandes.

6.3.5 Effet de la température

L'effet de la température peut aussi être quantifié avec le modèle de [Polák & Sauzay, 2009]. Pour prendre en compte l'effet de la température, l'évolution des hauteurs h des extrusions avec le nombre de cycles a été calculée avec la relation valable quelle que soit la température (voir chapitre 1, section 1.4.3) :

$$\frac{dh}{dN} = \frac{2pL}{w} \sqrt{\frac{D_V \tau}{A}} \operatorname{th} \left(\frac{w}{2} \sqrt{\frac{A}{D_V \tau}} \right) \quad \text{avec} \quad D_V = \sqrt{6} b^2 \nu \exp \left(\frac{-E_M}{kT} \right)$$

Pour une amplitude de contrainte de 85 MPa, l'échauffement des éprouvettes lors d'un essai de fatigue ultrasonique avec système de refroidissement vaut environ 23 °C. Pour la même amplitude de contrainte, l'échauffement de l'éprouvette lors d'un essai de fatigue ultrasonique sans système de refroidissement vaut environ 66 °C. En considérant une PSB, dont la profondeur est égale au diamètre d'un grain $L = 30 \mu\text{m}$, d'une largeur de $1 \mu\text{m}$, pour un essai de fatigue ultrasonique $\tau = 50 \mu\text{s}$, les vitesses de croissance des extrusions pour les essais ultrasoniques avec et sans système de refroidissement valent respectivement : $7,7 \cdot 10^{-15}$ m/cycle et $6,1 \cdot 10^{-14}$ m/cycle. Les vitesses de formation des extrusions pour les essais ultrasoniques refroidis et non refroidis diffèrent donc d'un rapport 8.

Pour une amplitude de contrainte de 85 MPa et dans le cas d'un essai de fatigue à 100 Hz la vitesse de croissance des extrusions vaut : $5,8 \cdot 10^{-14}$ m/cycle. Pour une amplitude de contrainte de 85 MPa, les vitesses de formation des extrusions pour les essais à basse fréquence et les essais ultrasoniques refroidis diffèrent donc d'un rapport 8.

La température favorise donc la formation des bandes de glissement. L'effet de fréquence est donc couplé à un effet de température qu'il est difficile de contrôler à cause de l'auto-échauffement du matériau sollicité cycliquement. La température peut masquer en partie l'effet de la fréquence.

Chapitre 7

Conclusion générale et perspectives

Sommaire

7.1 Conclusion générale	205
7.2 Perspectives	207

Ce manuscrit a présenté les travaux effectués sur l'effet de la fréquence et de la température sur les mécanismes de microplasticité en fatigue dans le cas du cuivre pur polycristallin. Les principaux résultats obtenus dans le cadre de ces travaux sont résumés ci-après et quelques perspectives d'élargissement et d'approfondissement sont proposées.

7.1 Conclusion générale

L'étude bibliographique a montré qu'il est difficile de conclure sur l'effet de la fréquence sur la tenue en fatigue du cuivre pur. L'effet de la fréquence est souvent masqué par l'effet de l'état d'écrouissage, de traitements thermiques ou de la taille de grain.

La première étape de l'étude a donc consisté à construire les courbes de WÖHLER à basse et à haute fréquence (20 Hz et 20000 Hz). Des précautions expérimentales ont été prises afin que ces courbes soient comparables. Un système de refroidissement a notamment été utilisé pour les essais ultrasoniques afin de limiter l'échauffement des éprouvettes. De plus, les éprouvettes pour ces deux fréquences d'essai (nécessitant des machines de fatigue différentes) ont été dimensionnées de telle sorte que les gradients de contrainte au niveau de leurs centres soient équivalents. Ces éprouvettes sont toutes issues de la même tôle de cuivre laminée à chaud. Les courbes de WÖHLER à basse et haute fréquence se composent de deux régimes dont la transition se situe autour de 4.10^6 cycles. Lors du premier régime, la résistance à la fatigue décroît fortement avec le nombre de cycles (de 10 à 25 MPa par décade). Lors du second régime, la résistance à la fatigue semble se stabiliser. Ces courbes mettent en évidence un effet de la fréquence sur

la tenue en fatigue ; la durée de vie ou, d'un autre point de vue, les valeurs de résistance à la fatigue sont plus élevées à haute fréquence (la durée de vie pour une amplitude de contrainte de 90 MPa est de 10^6 cycles à 20 Hz contre 10^{10} cycles à 20000 Hz).

La deuxième étape visait à comprendre le rôle de la fréquence par une approche énergétique en comparant les énergies dissipées au cours d'un cycle. Le calcul de ces énergies est fondé sur des mesures de température au cours d'essais de fatigue. Il a été montré par des essais de fatigue conjuguant à la fois des mesures de température et des observations en surface que l'énergie dissipée au cours d'un cycle est un bon indicateur de l'activité plastique observée en surface. La comparaison de ces énergies à basse et haute fréquence montre qu'elles ne dépendent pas fortement de la fréquence de sollicitation. En ce qui concerne l'effet de la température, dans un intervalle compris entre 20 °C et 60 °C on constate une augmentation de l'énergie dissipée au cours d'un cycle avec l'augmentation de la température, mais l'effet reste également modéré au regard de l'évolution moyenne avec l'amplitude de contrainte. Ces résultats ont permis de conclure que l'activité plastique est globalement du même ordre de grandeur à basse et haute fréquence.

Pour comprendre l'effet de la fréquence sur les courbes de WÖHLER, la troisième étape s'est plus largement focalisée sur les manifestations de la microplasticité en surface. Pour cela, des essais de fatigue à différentes fréquences ont été effectués dans des gammes d'amplitudes de contrainte et de nombre de cycles communes pour pouvoir comparer les résultats. Il a été montré que les morphologies des bandes de glissement ainsi que leur localisation au sein de la microstructure sont similaires à basse et à haute fréquence. L'effet de fréquence a par la suite été mis en évidence à travers différents critères. Tout d'abord l'étude des seuils d'apparition des bandes de glissement en termes d'amplitude de contrainte et de nombre de cycles a montré que le nombre de cycles nécessaire à l'apparition des bandes de glissement est plus élevé à haute fréquence qu'à basse fréquence (inversement, pour un nombre de cycles fixé, l'amplitude de contrainte nécessaire à l'apparition des bandes de glissement est plus élevée à haute fréquence qu'à basse fréquence). L'étude du développement des bandes avec le nombre de cycles a montré que pour des amplitudes de contrainte supérieures ou égales à 75 MPa la fraction de surface recouverte par des bandes est plus importante à basse fréquence. Les calculs de désorientation intra-granulaire après essais de fatigue tendent à montrer que les valeurs de désorientation intragranulaire sont sensiblement identiques avant et après essais à basse fréquence alors qu'elles augmentent légèrement à haute fréquence. Des observations au MET dans le cadre du post-doc de Ngoc-Lam PHUNG ont montré que la formation de structures en échelle caractéristiques des PSB requiert une amplitude de contrainte plus élevée à haute fréquence qu'à basse fréquence. Ces différents résultats mettent en évidence que la localisation de la déformation est plus importante à basse fréquence.

Il a aussi été montré que l'effet de fréquence est couplé à un effet de température

qu'il est difficile de contrôler à cause de l'auto-échauffement du matériau sollicité cycliquement. La température favorise la formation des bandes de glissement et peut masquer en partie l'effet de la fréquence.

Deux mécanismes clés pour la formation des bandes de glissement ont été étudiés pour comprendre l'effet de fréquence : le glissement dévié et la production-diffusion de lacunes. Il a été montré à l'aide de modèles de la littérature utilisés de manière simplifiée que ces deux mécanismes peuvent expliquer le « retard » en nombre de cycles des premières bandes de glissement à haute fréquence. En effet, le glissement dévié s'active moins souvent lors d'un essai à haute fréquence car la durée sur un cycle pendant laquelle la cisssion résolue est supérieure à la contrainte seuil du glissement dévié est 200 fois plus courte à 20000 Hz qu'à 100 Hz. De plus, la diffusion des lacunes s'opère plus difficilement à haute fréquence qu'à basse fréquence car la durée d'un cycle est 200 fois plus courte. Par ailleurs le glissement dévié et la diffusion de lacunes étant tous deux des mécanismes thermiquement activés, ils peuvent donc également expliquer l'origine de la formation des bandes de glissement à plus faible amplitude de contrainte ou à plus faible nombre de cycles à basse fréquence qu'à haute fréquence.

7.2 Perspectives

Plusieurs perspectives peut être envisagées dans la continuité de ce travail de thèse.

La première concerne l'étude du relief des bandes de glissement par microscopie à force atomique (AFM). Plusieurs indices tendent à montrer que le relief des bandes de glissement est plus prononcé à basse fréquence qu'à haute fréquence, mais cette hypothèse n'a pas été vérifiée. Ces observations confirmeraient que la localisation de la déformation plastique est plus importante à basse fréquence. Des observations AFM permettraient peut être d'obtenir des informations quantitatives sur le rôle de la production-diffusion de lacunes dans le développement des bandes de glissement à partir de modèles de production-diffusion de lacunes, puisque ces modèles étudient les évolutions des hauteurs de bandes avec le nombre de cycles [Polák & Sauzay, 2009]. De plus, nous avons choisi de décrire le développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles par le calcul de la fraction de surface recouverte par des bandes, mais le développement des bandes avec le nombre de cycles pourrait aussi être décrit par l'évolution des hauteurs des bandes de glissement. Les mesures des hauteurs des bandes de glissement pourraient également permettre d'accéder à la déformation plastique et de mieux caractériser l'irréversibilité du glissement [Déprés, 2004] [Risbet & Feaugas, 2008] [Mughrabi, 2013]. Dans le même esprit, l'évolution des structures de dislocations avec le nombre de cycles pourrait être étudiée avec la technique *Electron Channeling Contrast* (ECC). L'avantage de cette technique par rapport à la microscopie électronique à transmission est qu'elle est non destructive.

La deuxième concerne l'effet du temps et de l'environnement. Nous avons choisi

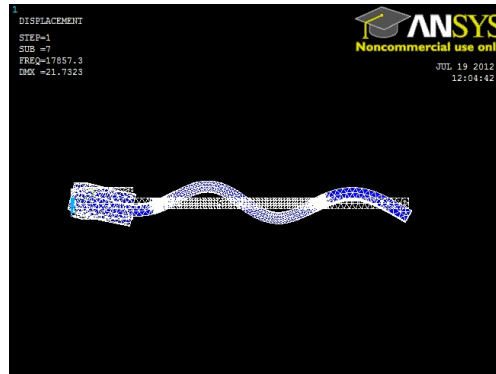
d'effectuer des essais de fatigue à différentes fréquences et pour un même nombre de cycles pour pouvoir comparer les résultats. Dans ce cas les éprouvettes restent davantage au contact de l'air à basse fréquence ce qui pose la question de l'effet de l'environnement. Les effets de l'environnement sur la formation des bandes de glissement ont été supposés négligeables d'après l'étude bibliographique. Néanmoins, ces effets pourraient être quantifiés en envisageant par exemple des essais à différentes fréquences ayant des durées identiques ou des essais sous atmosphère inerte.

Enfin, l'analyse des effets de fréquence pourrait s'étendre aux phases d'amorçage et de propagation de fissures en comparant par exemple les vitesses de propagation de fissures à différentes fréquences.

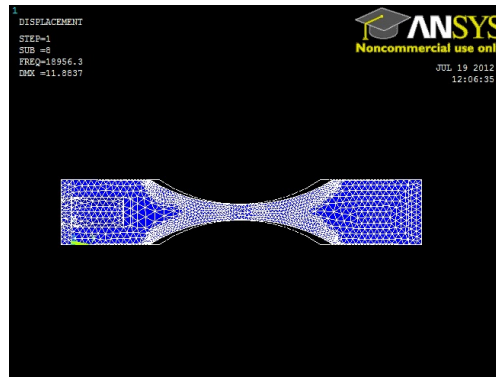
Annexe A

Modes de vibration d'une éprouvette plate en cuivre

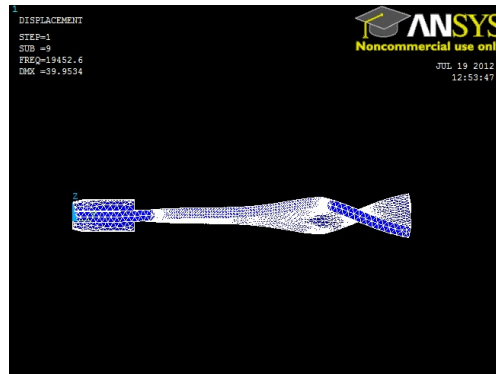
À titre d'exemple, les modes de vibration voisins de 20000 Hz pour une éprouvette plate en cuivre sont représentés sur la figure A.1.



(a) Flexion $/\vec{y}$, $n = 4$, $f = 17857$ Hz.



(b) Traction $/\vec{x}$, $n = 1$, $f = 18956$ Hz.



(c) Torsion $/\vec{x}$, $n = 2$, $f = 19453$ Hz.

Figure A.1 – Modes de vibration voisins de 20000 Hz pour une éprouvette plate en cuivre. L'éprouvette déformée figure en bleu, l'éprouvette non déformée en blanc.

Annexe B

Calcul d'un angle de désorientation

Sommaire

B.1	Méthode de calcul	211
B.2	Opérateurs de symétrie pour les cristaux cubiques	212

B.1 Méthode de calcul

Une orientation cristalline est associée à une matrice de rotation dont les coefficients dépendent des trois angles d'EULER (sauf spécification contraire toutes les matrices sont exprimées dans R_E).

Les trois matrices de rotation définissant les trois rotations d'EULER sont respectivement :

$$\begin{pmatrix} \cos(\varphi_1) & -\sin(\varphi_1) & 0 \\ \sin(\varphi_1) & \cos(\varphi_1) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{R_E}, \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\phi) & -\sin(\phi) \\ 0 & \sin(\phi) & \cos(\phi) \end{pmatrix}_{R_1}, \begin{pmatrix} \cos(\varphi_2) & -\sin(\varphi_2) & 0 \\ \sin(\varphi_2) & \cos(\varphi_2) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{R_2}$$

La matrice \mathbf{G}_A de la rotation qui transforme R_E en R_A est égale au produit des trois matrices précédentes. Ses coefficients valent :

$$\begin{cases} G_{A11} = \cos(\varphi_1) \cos(\varphi_2) - \cos(\phi) \sin(\varphi_1) \sin(\varphi_2) \\ G_{A12} = -\cos(\phi) \cos(\varphi_2) \sin(\varphi_1) - \cos(\varphi_1) \sin(\varphi_2) \\ G_{A13} = \sin(\phi) \sin(\varphi_1) \\ G_{A21} = \cos(\varphi_2) \sin(\varphi_1) + \cos(\phi) \cos(\varphi_1) \sin(\varphi_2) \\ G_{A22} = \cos(\phi) \cos(\varphi_1) \cos(\varphi_2) - \sin(\varphi_1) \sin(\varphi_2) \\ G_{A23} = -\cos(\varphi_1) \sin(\phi) \\ G_{A31} = \sin(\phi) \sin(\varphi_2) \\ G_{A32} = \cos(\varphi_2) \sin(\phi) \\ G_{A33} = \cos(\phi) \end{cases}$$

Il reste à prendre en compte les symétries cristallines. Celles-ci se traduisent par des rotations qui laissent la structure cristallographique d'un cristal invariante. Dans le cas des cristaux

cubiques il y a 24 opérations de symétrie donc 24 matrices de rotation possibles et équivalentes pour décrire l'orientation d'un cristal. Ces matrices valent $\mathbf{G}_A \cdot \mathbf{Sym}_i$, $i \in \{1, \dots, 24\}$, où \mathbf{Sym}_i désigne un opérateur de symétrie (voir section B.2).

La désorientation entre deux cristaux A et B est par définition la différence d'orientation entre ces cristaux. Elle est décrite par la rotation nécessaire pour faire coïncider le réseau du cristal A avec celui du cristal B. En raison des symétries de chaque cristal, il y a 576 ($= 24 \times 24$) rotations possibles. Les matrices de ces rotations sont :

$$\mathbf{G}_{AB} = \mathbf{G}_B \cdot \mathbf{Sym}_j \cdot (\mathbf{G}_A \cdot \mathbf{Sym}_i)^{-1} \quad i, j \in \{1, \dots, 24\}$$

avec la propriété $\mathbf{G}^{-1} = \mathbf{G}^T$ caractéristique des matrices orthogonales.

Pour qu'une désorientation soit décrite de manière unique, c'est la rotation qui donne le plus petit angle qui est choisie. Pour le calculer, il faut savoir que dans des bases bien choisies toutes les matrices \mathbf{G}_{AB} peuvent s'écrire sous la forme :

$$\mathbf{G}_{AB} = \begin{pmatrix} \cos(\bullet) & -\sin(\bullet) & 0 \\ \sin(\bullet) & \cos(\bullet) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Deux matrices semblables ayant même trace, l'angle de désorientation minimal vaut :

$$\theta = \min \left\{ \arccos \left(\frac{\text{Tr}(\mathbf{G}_B \cdot \mathbf{Sym}_j \cdot (\mathbf{G}_A \cdot \mathbf{Sym}_i)^{-1}) - 1}{2} \right) \right\} \quad i, j \in \{1, \dots, 24\}$$

Cet angle est supérieur à 0° et dans le cas des cristaux cubiques sa valeur maximale est [Mackenzie & Thomson, 1957] :

$$\theta_{\max} = 2 \arccos \left(\frac{2 + \sqrt{2}}{4} \right) = 62,8^\circ$$

Pour déterminer l'axe associé à la rotation d'angle θ il suffit de résoudre l'équation suivante :

$$\mathbf{G}_{AB} \vec{r} = \vec{r}$$

qui traduit que le vecteur unitaire \vec{r} qui porte l'axe est invariant par rotation.

• **Exemple** On souhaite calculer la désorientation entre les grains 3 et 4 de la figure 3.8a du chapitre 3.
 Pour le grain 3 : $\varphi_1 = 340,8^\circ$, $\phi = 17,3^\circ$ et $\varphi_2 = 187,2^\circ$.
 Pour le grain 4 : $\varphi_1 = 188,5^\circ$, $\phi = 116,6^\circ$ et $\varphi_2 = 232,6^\circ$.
 Il vient : $\theta = 59,8^\circ$ (en accord avec OIM).

B.2 Opérateurs de symétrie pour les cristaux cubiques

Les 24 opérations de symétrie pour les cristaux cubiques sont illustrées sur la figure B.1. Les matrices des 24 opérateurs de symétrie sont données ci-après [Kocks et al., 2000]. Chaque matrice est associée à une rotation dont l'angle θ et l'axe sont précisés sous la matrice.

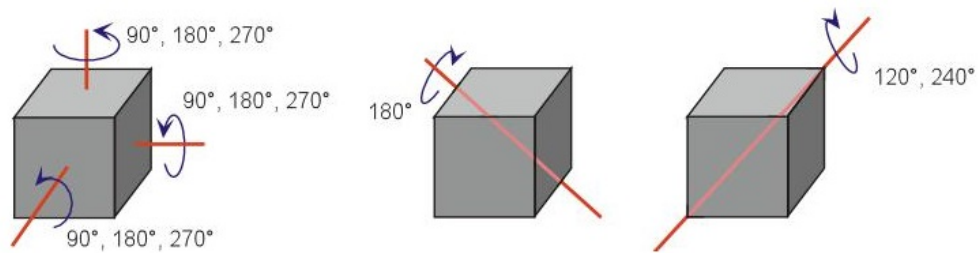


Figure B.1 – Opérations de symétrie pour les cristaux cubiques (extrait de la documentation du logiciel OIM).

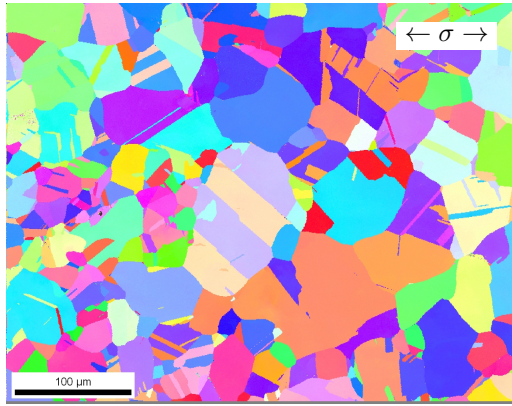
$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$ $\theta = 0^\circ$, axe : quelconque	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 120^\circ$, axe : $[111]$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = -120^\circ$, axe : $[111]$
$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 120^\circ$, axe : $[\bar{1}11]$	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 120^\circ$, axe : $[1\bar{1}1]$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = -120^\circ$, axe : $[\bar{1}\bar{1}1]$
$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 120^\circ$, axe : $[\bar{1}\bar{1}1]$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = -120^\circ$, axe : $[\bar{1}11]$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = -120^\circ$, axe : $[1\bar{1}1]$
$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$ $\theta = 180^\circ$, axe : $[010]$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$ $\theta = 180^\circ$, axe : $[001]$	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$ $\theta = 180^\circ$, axe : $[100]$
$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 180^\circ$, axe : $[\bar{1}01]$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 180^\circ$, axe : $[101]$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 90^\circ$, axe : $[010]$
$\begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = -90^\circ$, axe : $[010]$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 180^\circ$, axe : $[0\bar{1}1]$	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 90^\circ$, axe : $[100]$
$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = -90^\circ$, axe : $[100]$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$ $\theta = 180^\circ$, axe : $[011]$	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$ $\theta = 180^\circ$, axe : $[\bar{1}10]$
$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$ $\theta = -90^\circ$, axe : $[001]$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$ $\theta = 180^\circ$, axe : $[110]$	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$ $\theta = 90^\circ$, axe : $[001]$

Annexe C

Exemples de cartographies d'orientations après essais de fatigue

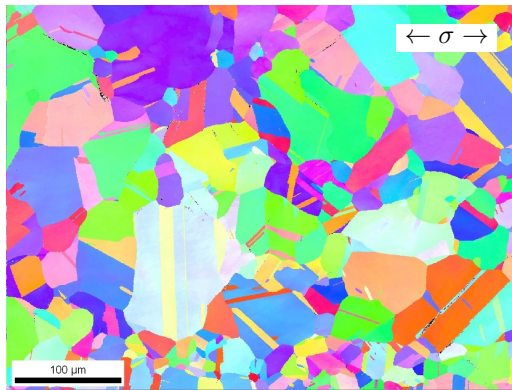
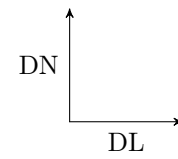
La figure C.1 présente quelques cartographies d'orientations obtenues par EBSD après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 Hz (sans système de refroidissement) et à 20000 Hz (avec système de refroidissement).

Les pixels noirs sur les cartographies d'orientations figure C.1 sont associés à des points de mesure pour lesquels l'indexation n'est pas possible (l'indice de confiance CI vaut alors -1). Ces pixels se situent préférentiellement au niveau des bandes de glissement et plus précisément au niveau des extrusions (voir figure C.2).

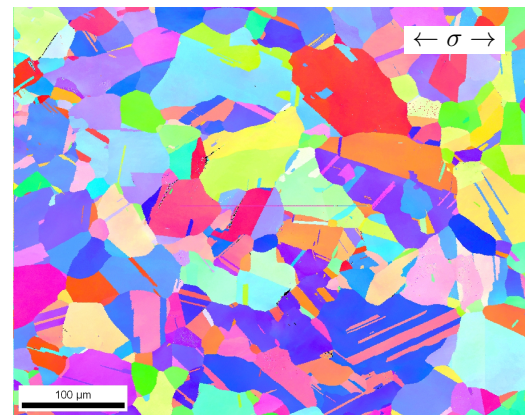


(a) $f = 100$ Hz, $\sigma = 65$ MPa (taille : $439 \mu\text{m} \times 342 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

Repérage pour toutes les cartographies :

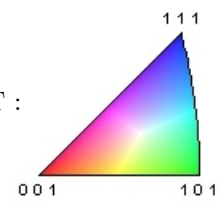


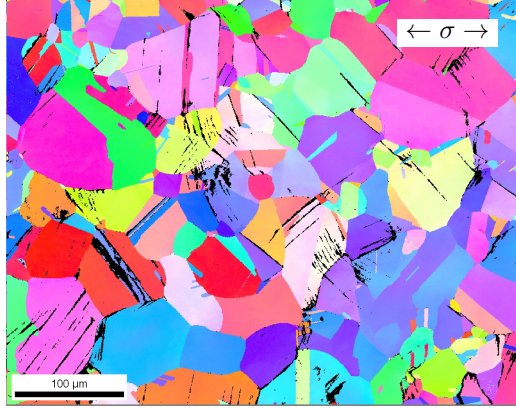
(b) $f = 100$ Hz, $\sigma = 75$ MPa (taille : $480 \mu\text{m} \times 362 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).



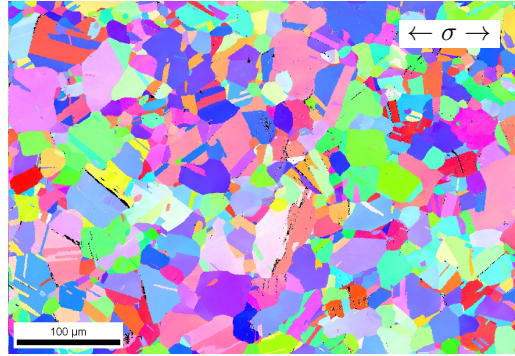
(c) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 75$ MPa (taille : $500 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

Lecture des orientations selon la direction DT :



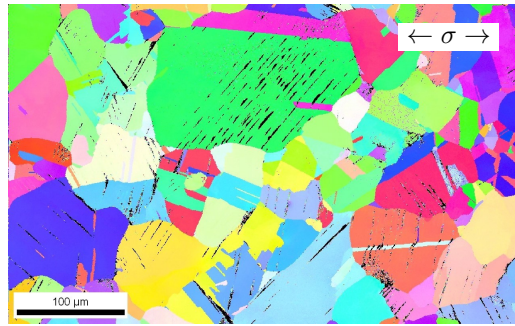
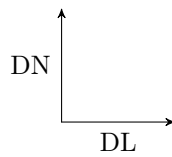


(d) $f = 100$ Hz, $\sigma = 85$ MPa (taille : $470 \mu\text{m} \times 372 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).



(e) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 85$ MPa (taille : $495 \mu\text{m} \times 340 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

Repérage pour toutes
les cartographies :



(f) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 100$ MPa (taille : $475 \mu\text{m} \times 296 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).

Lecture des orientations selon la direction DT :

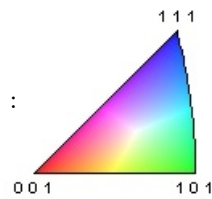


Figure C.1 – Cartographies d'orientations obtenues par EBSD après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz pour différentes amplitudes de contrainte. Ces cartographies ont été réalisées sur la face normale à DT.

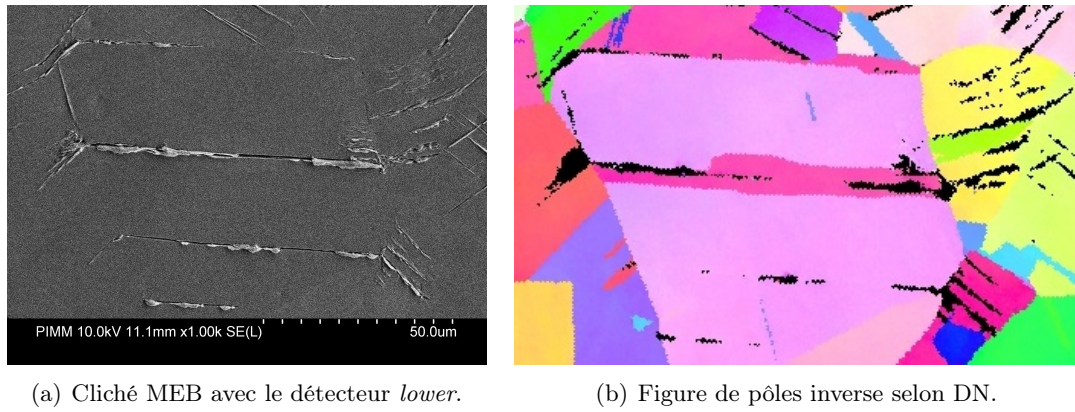
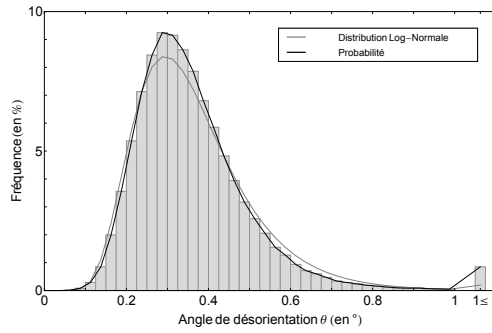


Figure C.2 – Cliché MEB et cartographie EBSD après essai de fatigue de 10^6 cycles à 100 Hz et 85 MPa montrant que les zones en extrusion sont plus difficilement indexées que celles en intrusion.

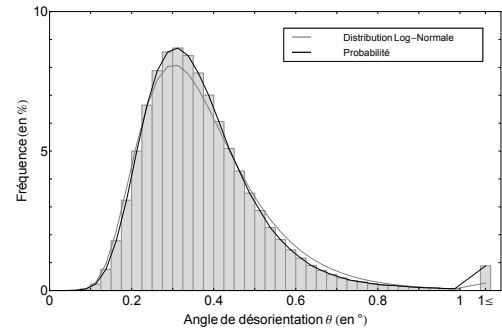
Annexe D

Distributions des valeurs d'angles de désorientation intragranulaire

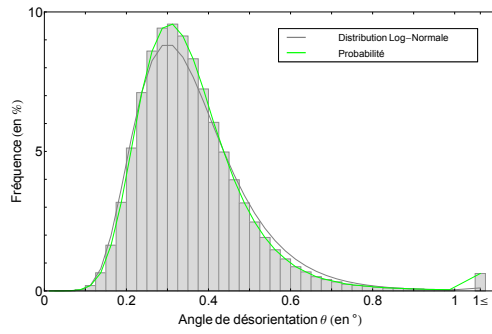
La figure D.1 présente les distributions des valeurs d'angles de désorientation ainsi que la construction des courbes de la probabilité de l'angle de désorientation.



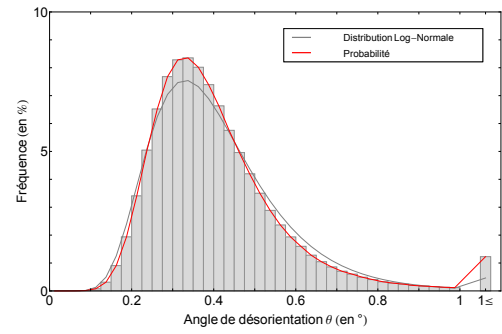
(a) Éprouvette de fatigue conventionnelle non sollicitée.



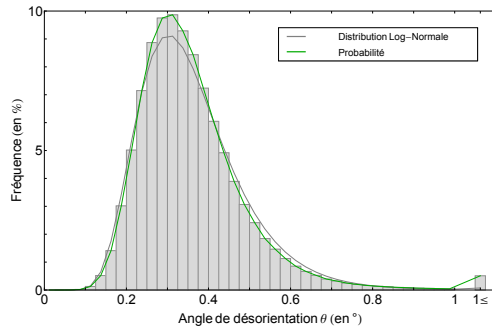
(b) Éprouvette de fatigue ultrasonique non sollicitée.



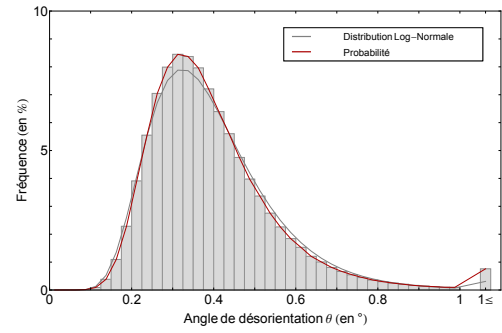
(c) $f = 100$ Hz, $\sigma = 75$ MPa.



(d) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 75$ MPa.



(e) $f = 100$ Hz, $\sigma = 85$ MPa.



(f) $f = 20000$ Hz, $\sigma = 85$ MPa.

Figure D.1 – Distributions des valeurs d'angles de désorientation. Les distributions sont d'abord représentées sous la forme d'histogrammes. Les courbes de la probabilité de l'angle de désorientation sont obtenues en reliant les sommets des barres des histogrammes. Les courbes de la probabilité pour une loi log-normale sont également représentées mettant en évidence que les valeurs d'angles de désorientation sont quasiment distribuées selon ce type de loi.

Annexe E

Activités d’encadrement et d’enseignement au cours du doctorat

Co-encadrement de stages

- Thomas HENDRICKS, *Very High Cycle Fatigue – Image analysis of VHCF specimens and quantification of data*, master 1 International, 2012, co-encadrement avec Véronique FAVIER.
- Hamza FASSI, *Étude du comportement de l’acier inoxydable 316L en fatigue au-delà de la limite de fatigue conventionnelle*, master recherche MAGIS, 2013, co-encadrement avec Véronique FAVIER.
- Thomas HENDRICKS, *Frequency impacts on the behaviour of 316L stainless steel under fatigue loading*, master recherche MAGIS, 2013, co-encadrement avec Véronique FAVIER.

Enseignement

Enseignements assurés dans le cadre du monitorat à Arts et Métiers ParisTech Paris :

- Technologie et Conception des Systèmes de Transformation de Mouvement, TD et mini-projets, 2^{ème} année, 2011-2013.
- Transformation des Matériaux, TD, 2^{ème} année, 2011.
- Éléments de Mécanique Non Linéaire, TD, TP et khôlles, 2^{ème} année, 2011-2014.
- Techniques Expérimentales, TP, master recherche MAGIS, 2013.

Bibliographie

- [ASM, 1996] (1996). *Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. ASM Handbook.
- [ASM, 2004] (2004). *Metallography and Microstructures*. ASM Handbook.
- [Agbessi, 2013] Agbessi, K. (2013). *Approches expérimentales et multi-échelles des processus d'amorçage des fissures de fatigue sous chargements complexes*. PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech.
- [Awatani et al., 1970] Awatani, J., Katagiri, K., & Koreeda, A. (1970). Structure changes in metals fatigued at an ultrasonic frequency. *Bulletin of the JSME*, 13:1381–1388.
- [Awatani et al., 1975] Awatani, J., Katagiri, K., Omura, A., & Shiraishi, T. (1975). A study of the fatigue limit of copper. *Metallurgical Transactions*, 6A:1029–1034.
- [Bacroix, 2009] Bacroix, B. (2009). Orientations de cisaillement pour les matériaux de structure cubique. Technical report, Note du CNRS 2009/1.
- [Barbier, 2010] Barbier, D. (2010). Apport de la technique EBSD en mécanique des matériaux. Technical report, Congrès national Mécatmat.
- [Basinski & Basinski, 1989] Basinski, Z. & Basinski, S. (1989). Copper single crystal PSB morphology between 4.2 and 350 K. *Acta Metallurgica*, 37:3263–3273.
- [Bathias, 2014] Bathias, C. (2014). Coupling effect of plasticity, thermal dissipation and metallurgical stability in ultrasonic fatigue. *International Journal of Fatigue*, 60:18–22.
- [Bathias et al., 2001] Bathias, C., Drouillac, L., & Le François, P. (2001). How and why the fatigue S-N curve does not approach a horizontal asymptote. *International Journal of Fatigue*, 23:143–151.
- [Bathias & Paris, 2005] Bathias, C. & Paris, P. (2005). *Gigacycle Fatigue in Mechanical Practice*. Marcel Dekker.
- [Bayerlein & Mughrabi, 1991] Bayerlein, M. & Mughrabi, H. (1991). The formation of either tongue or ribbon-like extrusions in fatigued copper polycrystals. *Acta metallurgica*, 39:1645–1650.
- [Berbenni, 2002] Berbenni, S. (2002). *Élastoviscoplasticité des aciers polycristallins : Modélisation micromécanique et physique - Applications au comportement dynamique et à l'effet Bake-Hardening*. PhD thesis, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers.
- [Blanche, 2012] Blanche, A. (2012). *Effets dissipatifs en fatigue à grand et très grand nombre de cycles*. PhD thesis, Université Montpellier II.
- [Blochwitz et al., 1996] Blochwitz, C., Brechbühl, J., & Tirschler, W. (1996). Analysis of activated slip systems in fatigued nickel polycrystals using the EBSD-technique in the scanning electron microscope. *Materials Science and Engineering*, A210:42–47.

- [Bonneville et al., 1988] Bonneville, J., Escaig, B., & Martin, J.-L. (1988). A study of cross-slip activation parameters in pure copper. *Acta metallurgica*, 36:1989–2002.
- [Boulanger et al., 2004] Boulanger, T., Chrysochoos, A., Mabu, C., & A., G. (2004). Calorimetric analysis of dissipative thermoelastic effects associated with the fatigue behaviour of steels. *International Journal of Fatigue*, 26:221–229.
- [Brown & Ogin, 1985] Brown, L. & Ogin, S. (1985). Role of internal stresses in the nucleation of fatigue cracks. In *Fundamentals of deformation and fracture*. Cambridge.
- [Buchinger & Stanzl, 1984] Buchinger, L. & Stanzl, S. (1984). Dislocation structures in copper single crystals fatigued at low amplitudes. *Philosophical Magazine*, 50:275–298.
- [Bunge, 1982] Bunge, H.-J. (1982). *Texture Analysis in Materials Science : Mathematical Methods*. Butter.
- [Buque, 2001] Buque, C. (2001). Persistent slip bands in cyclically deformed nickel polycrystals. *International Journal of Fatigue*, 23:459–466.
- [Caillard & Martin, 2003] Caillard, D. & Martin, J.-L. (2003). *Thermally Activated Mechanisms in Crystal Plasticity*. Pergamon.
- [Chai, 2006] Chai, G. (2006). The formation of subsurface non-defect fatigue crack origins. *International Journal of Fatigue*, 28:1533–1539.
- [Chai & Zhou, 2013] Chai, G. & Zhou, N. (2013). Study of crack initiation or damage in very high cycle fatigue using ultrasonic fatigue test and microstructure analysis. *Ultrasonics*, 53:1406–1411.
- [Chrysochoos, 1995] Chrysochoos, A. (1995). Analyse du comportement des matériaux par thermographie infrarouge. In *Photomécanique 95*.
- [Creteigny & Saxena, 2001] Creteigny, L. & Saxena, A. (2001). AFM characterization of the evolution of surface deformation during fatigue in polycrystalline copper. *Acta Materialia*, 49:3755–3765.
- [Déprés, 2004] Déprés, C. (2004). *Modélisation physique des stades précurseurs de l'endommagement en fatigue dans l'acier inoxydable austénitique 316L*. PhD thesis, INPG.
- [Dickson et al., 1987] Dickson, J., Turenne, S., Baillon, J., & Vogt, J. (1987). The formation of ribbon-like extrusions and intrusions during the cyclic deformation of copper. *Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials*, pages 43–48.
- [Dieulesaint & Royer, 1996] Dieulesaint, E. & Royer, D. (1996). *Ondes élastiques dans les solides. Tome 1, Propagation libre et guidée*. Masson.
- [Differt et al., 1986] Differt, K., Essmann, U., & Mughrabi, H. (1986). A model of extrusions and intrusions in fatigued metals II. surface roughening by random irreversible slip. *Philosophical Magazine*, 54:237–258.
- [Doudard et al., 2004] Doudard, C., Calloch, S., Hild, F., Cugy, P., & Galtier, G. (2004). Identification of the scatter in high cycle fatigue from temperature measurements. *C. R. Mécanique*, 332:795–801.
- [El Bartali et al., 2009] El Bartali, A., Aubin, V., & Degallaix, S. (2009). Surface observation and measurement techniques to study the fatigue damage micromechanisms in a duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 31:2049–2055.
- [El May, 2013] El May, M. (2013). *Étude de la tenue en fatigue d'un acier inoxydable martenitique pour l'aéronautique en milieu marin corrosif*. PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech.
- [Escaig, 1968] Escaig, B. (1968). Sur le glissement dévié des dislocations dans la structure cubique à faces centrées. *Le journal de Physique*, 29:225–239.

- [Favier, 2005] Favier, V. (2005). Modélisations physiques et micromécaniques du comportement des matériaux hétérogènes : prise en compte de la topologie et des effets du temps (viscosité et vieillissement). Technical report, Arts et Métiers ParisTech.
- [Fivel & Forest, 2004] Fivel, M. & Forest, S. (2004). Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du monocristal. *Techniques de l'Ingénieur*.
- [François et al., 2009a] François, D., Pineau, A., & Zaoui, A. (2009a). *Élasticité et plasticité*. Hermes.
- [François et al., 2009b] François, D., Pineau, A., & Zaoui, A. (2009b). *Viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture et mécanique du contact*. Hermes.
- [Frost & Ashby, 1982] Frost, H. & Ashby, M. (1982). *Deformation-Mechanisms Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Pergamon Press.
- [Ghammouri et al., 2013] Ghammouri, M., Abbad, M., & Mendez, J. (2013). Microstructure evolution during cycling in vacuum and air environments : Correlation with mechanical behaviour. *International Journal of Fatigue*, 56:123–129.
- [Guenneec et al., 2014] Guenneec, B., Ueno, A., Sakai, T., Takanashi, M., & Itabashi, Y. (2014). Effect of the loading frequency on fatigue properties of JIS S15C low carbon steel and some discussion based on micro-plasticity behavior. *International Journal of Fatigue*, 66:29–38.
- [Hirth & Lothe, 1968] Hirth, J. & Lothe, J. (1968). *Theory of Dislocations*. McGraw-Hill Book Company.
- [Ho et al., 2011] Ho, H., Risbet, M., & Feaugas, X. and Moulin, G. (2011). The effect of grain size on the localization of plastic deformation in shear bands. *Scripta Materialia*, 65:998–1001.
- [Huang et al., 2006] Huang, C., Wang, K., Wu, S., Zhang, Z., Li, G., & Li, S. (2006). Deformation twinning in polycrystalline copper at room temperature and low strain rate. *Acta Materialia*, 54:655 – 665.
- [Hull & Bacon, 2001] Hull, D. & Bacon, D. (2001). *Introduction to Dislocations*. BH.
- [Hunsche & Neumann, 1986] Hunsche, A. & Neumann (1986). Quantitative measurement of persistent slip band profiles and crack initiation. *Acta Metallurgica*, 34:207–217.
- [Kamaya, 2009a] Kamaya, M. (2009a). Characterization of microstructural damage due to low-cycle fatigue by EBSD observation. *Materials Characterization*, 60:1454–1462.
- [Kamaya, 2009b] Kamaya, M. (2009b). Measurement of local plastic strain distribution of stainless steel by electron backscatter diffraction. *Materials Characterization*, 60:125–132.
- [Katagiri et al., 1977] Katagiri, K., Omura, A., Koyanagi, K., Awatani, J., Shiraishi, T., & Kane-shiro, H. (1977). Early stage crack tip dislocation morphology in fatigued copper. *Metallurgical Transactions*, 8A:1769–1773.
- [Kim & Laird, 1978] Kim, W. & Laird, C. (1978). Crack nucleation and stage I propagation in high strain fatigue – II. mechanisms. *Acta Metallurgica*, 26:789–799.
- [Kocks et al., 2000] Kocks, U. F., Tomé, C. N., & Wenk, H. R. (2000). *Texture and Anisotropy*.
- [Laird et al., 1986] Laird, C., Charsley, P., & Mughrabi, H. (1986). Low energy dislocation structures produced by cyclic deformation. *Materials Science and Engineering*, 81:433–450.
- [Lemaitre et al., 2009] Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., Benallal, A., & Desmorat, R. (2009). *Mécanique des matériaux solides*. Dunod.
- [Li et al., 2010] Li, P., Li, S., Wang, Z., & Zhang, Z. (2010). Formation mechanisms of cyclic saturation dislocation patterns in [001], [011] and $\bar{1}11$ copper single crystals. *Acta Materialia*, 58:3281–3294.

- [Li et al., 2011] Li, P., Li, S., Wang, Z., & Zhang, Z. (2011). Fundamental factors on formation mechanism of dislocation arrangements in cyclically deformed fcc single crystals. *Progress in Materials Science*, 56:328–377.
- [Lieurade, 2008] Lieurade, H.-P. (2008). Estimation des caractéristiques de résistance et d’endurance en fatigue. In *Fatigue des matériaux et des structures 1*. Hermes Science.
- [Liu, 2013] Liu, J. (2013). *Prédictions multi-échelles de l’initiation des microfissures de fatigue*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie.
- [Lukáš et al., 1974] Lukáš, P., Klesnil, M., & Polák, J. (1974). High cycle fatigue life of metals. *Materials Science and Engineering*, 15:239–245.
- [Lukáš & Kunz, 1985] Lukáš, P. & Kunz, L. (1985). Is there a plateau in the cyclic stress-strain curves of polycrystalline copper? *Materials Science and Engineering*, 74:L1–L5.
- [Lukáš & Kunz, 1987] Lukáš, P. & Kunz, L. (1987). Effect of grain size on the high cycle fatigue behaviour of polycrystalline copper. *Materials Science and Engineering*, 85:67–75.
- [Lukáš et al., 2011] Lukáš, P., Kunz, L., Navrátilová, L., & Bokůvka, O. (2011). Fatigue damage of ultrafine-grain copper in very-high cycle fatigue region. *Materials Science & Engineering, A* 528:7036–7040.
- [Luong, 1998] Luong, M. P. (1998). Fatigue limit evaluation of metals using an infrared thermographic technique. *Mechanics of Materials*, 28:155–163.
- [Ma & Laird, 1989] Ma, B.-T. & Laird, C. (1989). Overview of fatigue behavior in copper single crystals - I. surface morphology and stage I crack initiation sites for tests at constant strain amplitude. *Acta Metallurgica*, 37:325–336.
- [Mackenzie & Thomson, 1957] Mackenzie, J. K. & Thomson, M. J. (1957). Some statistics associated with the random disorientation of cubes. *Biometrika*, 44:205–210.
- [Malchère & Gendarme, 2006] Malchère, A. & Gendarme, C. (2006). Cartographies EDS. Technical report, École d’été du GN-MEBA.
- [Man et al., 2002] Man, J., Obrtlík, K., Blochwitz, C., & Polák, J. (2002). Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, 50:3767–3780.
- [Man et al., 2003] Man, J., Obrtlík, K., & Polák, J. (2003). Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM. *Materials Science & Engineering, A* 351:123–132.
- [Man et al., 2010] Man, J., Valtr, M., Weidner, A., Petrenec, M., Obrtlík, K., & Polák, J. (2010). AFM study of surface relief evolution in 316L steel fatigued at low and high temperatures. *Procedia Engineering*, 2:1625–1633.
- [Man et al., 2012] Man, J., Vystavěl, T., Weidner, A., Kuběna, I., Petrenec, M., Kruml, T., & Polák, J. (2012). Study of cyclic strain localization and fatigue crack initiation using FIB technique. *International Journal of Fatigue*, 39:44–53.
- [Mareau et al., 2009] Mareau, C., Favier, V., Weber, B., & Galtier, A. (2009). Influence of the free surface and the mean stress on the heat dissipation in steels under cyclic loading. *International Journal of Fatigue*, 31:1407–1412.
- [Martin, 2000] Martin, J.-L. (2000). *Dislocations et plasticité des cristaux*. Presses polytechniques et universitaires romandes.
- [Massonnet, 1968] Massonnet, C. (1968). *Résistance des matériaux*.

- [Mayer et al., 2001] Mayer, H., Papakyriacou, M., Pippin, R., & Stanzl-Tschegg, S. (2001). Influence of loading frequency on the high fatigue properties of AlZnMgCu1.5 aluminium alloy. *Materials Science and Engineering*, A314:48–54.
- [Meyers et al., 2001] Meyers, M., Vöhringer, O., & Lubarda, V. (2001). The onset of twinning in metals : a constitutive description. *Acta Materialia*, 49:4025–4039.
- [Mughrabi, 1978] Mughrabi, H. (1978). The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals. *Materials Science and Engineering*, 33:207–223.
- [Mughrabi, 2002] Mughrabi, H. (2002). On 'multi-stage' fatigue life diagrams and the relevant life-controlling mechanisms in ultrahigh-cycle fatigue. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 25:755–764.
- [Mughrabi, 2006] Mughrabi, H. (2006). Specific features and mechanisms of fatigue in the ultrahigh-cycle regime. *International Journal of Fatigue*, 28:1501–1508.
- [Mughrabi, 2009] Mughrabi, H. (2009). Cyclic slip irreversibilities and the evolution of fatigue damage. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40A:1257–1279.
- [Mughrabi, 2013] Mughrabi, H. (2013). Cyclic slip irreversibility and fatigue life : A microstructure-based analysis. *Acta Materialia*, 61:1197–1203.
- [Mughrabi et al., 1979] Mughrabi, H., Ackermann, F., & Herz, K. (1979). Persistent slip bands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals. In *Fatigue Mechanisms*.
- [Mughrabi & Stanzl-Tschegg, 2007] Mughrabi, H. & Stanzl-Tschegg, S. (2007). Fatigue damage evolution in ductile single-phase face-centered cubic metals in the UHCF regime. *Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue*.
- [Mughrabi & Wang, 1981] Mughrabi, H. & Wang, R. (1981). Cyclic deformation of face-centered cubic polycrystals : a comparison with observations on single crystals. *Proceedings of the 2nd Risø International Symposium on Metallurgy and Material Science*.
- [Munier, 2012] Munier, R. (2012). *Étude de la fatigue des aciers laminés à partir de l'autoéchauffement sous sollicitation cyclique : essais, observations, modélisation et influence d'une pré-déformation plastique*. PhD thesis, Université de Bretagne Occidentale.
- [Munier et al., 2014] Munier, R., Doudard, C., Calloch, S., & Weber, B. (2014). Determination of high cycle fatigue properties of a wide range of steel sheet grades from self-heating measurements. *International Journal of Fatigue*, 63:46–61.
- [Papakyriacou et al., 2001] Papakyriacou, M., Mayer, H., Pypen, C., Plenk Jr., H., & Stanzl-Tschegg, S. (2001). Influence of loading frequency on high cycle fatigue properties of b.c.c and h.c.p. metals. *Materials Science and Engineering*, A308:143–152.
- [Paqueton & Ruste, 2006] Paqueton, H. & Ruste, J. (2006). Microscopie électronique à balayage - principe et équipement. *Techniques de l'Ingénieur*.
- [Pascal, 2008a] Pascal, J.-C. (2008a). Vibrations et acoustique 1. Technical report, École Nationale Supérieure d'Ingénieurs du Mans - Université du Maine.
- [Pascal, 2008b] Pascal, J.-C. (2008b). Vibrations et acoustique 2. Technical report, École Nationale Supérieure d'Ingénieurs du Mans - Université du Maine.
- [Pedersen & Winter, 1982] Pedersen, O. & Winter, A. (1982). Fatigue hardening and nucleation of persistent slip bands in copper. *Acta Metallurgica*, 30:711–718.
- [Peterson, 1974] Peterson, R. (1974). *Stress concentration factors*. Wiley.
- [Petit & Sarrazin Baudoux, 2008] Petit, J. & Sarrazin Baudoux, C. (2008). *Fatigue des matériaux et des structures 2 - Chapitre Effet de l'environnement*. Lavoisier.

- [Phung, 2012] Phung, N.-L. (2012). *Fatigue sous très faibles amplitudes de contraintes : Analyse des mécanismes précurseurs de l'amorçage de fissure dans le cuivre polycristallin*. PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech.
- [Phung et al., 2014] Phung, N.-L., Favier, V., Ranc, N., Valès, F., & Mughrabi, H. (2014). Very high cycle fatigue of copper : evolution, morphology and locations of surface slip markings. *International Journal of Fatigue*, 63:68–77.
- [Phung et al., 2013] Phung, N. L., Marti, N., Blanche, A., Ranc, N., Favier, V., Chrysochoos, A., Saintier, N., Gregori, F., Bacroix, B., & Thoquenne, G. (2013). Very high cycle fatigue for single phase ductile materials : slip band appearance criterion. *Procedia Engineering*, 66:615–625.
- [Pineau & Antolovich, 2011] Pineau, A. & Antolovich, S. (2011). *Joints de grains et plasticité cristalline*. Hermes.
- [Pineau & Bathias, 2008] Pineau, A. & Bathias, C. (2008). Introduction à la fatigue : motivation et méthodologie. In *Fatigue des matériaux et des structures 1*. Hermes Science.
- [Plusquellec, 2004] Plusquellec, J. (2004). Vibrations. *Techniques de l'Ingénieur*.
- [Polák, 1987] Polák, J. (1987). On the Role of Point Defects in Fatigue Crack Initiation. *Materials Science and Engineering*, 92:71–80.
- [Polák et al., 1974] Polák, J., Klesnil, M., & Lukáš, P. (1974). High cycle plastic stress-strain response of metals. *Materials Science and Engineering*, 15:231–237.
- [Polák & Man, 2014] Polák, J. & Man, J. (2014). Fatigue crack initiation - the role of point defects. *International Journal of Fatigue*, 65:18–27.
- [Polák & Sauzay, 2009] Polák, J. & Sauzay, M. (2009). Growth of extrusions in localized cyclic plastic straining. *Materials Science and Engineering, A* 500:122–129.
- [Polák & Vašek, 1994] Polák, J. & Vašek, A. (1994). Fatigue damage in polycrystalline copper below the fatigue limit. *Fatigue*, 16:403–408.
- [Rabbe et al., 2000] Rabbe, P., Lieurade, H.-P., & Galtier, A. (2000). Essais de fatigue – partie 1. *Techniques de l'Ingénieur*.
- [Ranc, 2010] Ranc, N. (2010). Calcul de la géométrie des éprouvettes de fatigue. Technical report, Rapport interne laboratoire PIMM.
- [Read, 1957] Read, W. (1957). *Les dislocations dans les cristaux*.
- [Risbet & Feaugas, 2008] Risbet, M. & Feaugas, X. (2008). Some comments about fatigue crack initiation in relation to cyclic slip irreversibility. *Engineering Fracture Mechanics*, 75:3511–3519.
- [Risbet et al., 2003] Risbet, M., Feaugas, X., Guillemer-Neel, C., & Clavel, M. (2003). Use of atomic force microscopy to quantify slip irreversibility in a nickel-base superalloy. *Scripta Materialia*, 49:533–538.
- [Robin et al., 2010] Robin, C., Inglebert, G., Nadot, Y., Palin-Luc, T., Pluvinage, G., & Guerin, J.-D. (2010). Fatigue des matériaux et des structures. Technical report, Cours en ligne de l'UNIT.
- [Rosenbloom & Laird, 1993] Rosenbloom, S. & Laird, C. (1993). Fatigue crack nucleation based on a random slip process - I. computer model. *Acta Metallurgica*, 41:3473–3482.
- [Rusineck, 2000] Rusinek, A. (2000). *Modélisation thermoviscoplastique d'une nuance de tôle d'acier aux grandes vitesses de déformation. Étude expérimentale et numérique du cisaillement, de la traction et de la perforation*. PhD thesis, Université de Metz.

- [Sakai, 2009] Sakai, T. (2009). Review and prospects for current studies on very high cycle fatigue of metallic materials for machine structural use. *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 3:425–439.
- [Sakai et al., 2010] Sakai, T., Lian, B., Takeda, M., Shiowaza, K., Oguma, N., Ochi, Y., Nakajima, M., & Nakamura, T. (2010). Statistical duplex S-N characteristics of high carbon chromium bearing steel in rotating bending in very high cycle regime. *International Journal of Fatigue*, 32:497–504.
- [Sangid et al., 2011] Sangid, M., Maier, H., & Sehitoglu, H. (2011). A physically based fatigue model for prediction of crack initiation from persistent slip bands in polycrystals. *Acta Materialia*, 59:328–341.
- [Sonsino, 2007] Sonsino, C. (2007). Course of SN-curves especially in the high-cycle fatigue regime with regard to component design and safety. *International Journal of Fatigue*, 29:2246–2258.
- [Souai, 2011] Souai, N. (2011). *Contrôle du maclage thermique et de la taille de grains par traitements thermomécaniques dans un superalliage base Ni*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Stanzl-Tschegg, 2008] Stanzl-Tschegg, S. (2008). Fatigue crack initiation, propagation and failure at very-high numbers of cycles.
- [Stanzl-Tschegg et al., 2007] Stanzl-Tschegg, S., Mughrabi, H., & Schoenbauer, B. (2007). Life time and cyclic slip of copper in the VHCF regime. *International Journal of Fatigue*, 29:2050–2059.
- [Stanzl-Tschegg & Schönbauer, 2010] Stanzl-Tschegg, S. & Schönbauer, B. (2010). Mechanisms of strain localization, crack initiation and fracture of polycrystalline copper in the VHCF regime. *International Journal of Fatigue*, 32:886–893.
- [Suresh, 1998] Suresh, S. (1998). *Fatigue of Materials*. Cambridge.
- [Thomas & Schmitt, 2002] Thomas, B. & Schmitt, J.-H. (2002). Durcissement des aciers. *Techniques de l'Ingénieur*.
- [Thompson & Backofen, 1971] Thompson, A. W. & Backofen, W. A. (1971). The effect of grain size on fatigue. *Acta Metallurgica*, 19:597–606.
- [Thompson et al., 1955] Thompson, N., Wadsworth, N., & Louat, N. (1955). The origin of fatigue fracture in copper. *Philosophical Magazine*, 1:113–126.
- [Tsutsumi et al., 2009] Tsutsumi, N., Murakami, Y., & Doquet, V. (2009). Effect of test frequency on fatigue strength of low carbon steel. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 32:473–483.
- [Valès, 2010] Valès, F. (2010). Observations microstructurales. Technical report, Arts et Métiers ParisTech.
- [Wagner et al., 2009] Wagner, D., Ranc, N., Bathias, C., & Paris, P. (2009). Fatigue crack initiation detection by an infrared thermography method. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 33:12–21.
- [Wang & Mughrabi, 1984] Wang, R. & Mughrabi, H. (1984). Fatigue of copper single crystals in vacuum and in air II : Fatigue crack propagation. *Materials Science and Engineering*, 65:235–243.
- [Wang et al., 1984] Wang, R., Mughrabi, H., & McGovern, S. (1984). Fatigue of copper single crystals in vacuum and in air I : Persistent slip bands and dislocation microstructures. *Materials Science and Engineering*, 65:219–233.

- [Wauthier, 2008] Wauthier, A. (2008). *Observation expérimentale et prévision des paramètres de la déformation déterminants pour la génèse des textures cristallographiques lors de la recristallisation des tôles minces d'aciers à basse teneur en carbone*. PhD thesis, Université Paris 13.
- [Wenk & Van Houtte, 2004] Wenk, H.-R. & Van Houtte, P. (2004). Texture and anisotropy. *Reports on Progress in Physics*, 67:1367–1428.
- [Zettl et al., 2006] Zettl, B., Mayer, H., Ede, C., & Stanzl-Tschegg, S. (2006). Very high cycle fatigue of normalized carbon steels. *International Journal of Fatigue*, 28:1583–1589.
- [Zhang & Jiang, 2006] Zhang, J. & Jiang, Y. (2006). Fatigue of polycrystalline copper with different grain sizes and texture. *International Journal of Plasticity*, 22:536–556.
- [Zhang et al., 2011] Zhang, P., Qu, S., Duan, Q., Wu, S., Li, S., Wang, Z., & Zhang, Z. (2011). Low-cycle fatigue-cracking mechanisms in fcc crystalline materials. *Philosophical Magazine*, 91:229–249.
- [Zhang et al., 2012] Zhang, P., Zhang, Z., Li, L., & Zhang, Z. (2012). Twin boundary : Stronger or weaker interface to resist fatigue cracking? *Scripta Materialia*, 66:854–859.

Liste des figures

1.1	Paramètres utilisés pour décrire un chargement uniaxial, sinusoïdal, d'amplitude et valeur moyenne constantes. Adapté de [Rabbe et al., 2000].	9
1.2	Exemples de faciès de rupture pour un matériau de type I (figure (a)) et un matériau de type II (figures (b) et (c)).	10
1.3	Allure d'une courbe de WÖHLER en fatigue conventionnelle mettant en évidence trois domaines de la fatigue I, II et III [Rabbe et al., 2000].	12
1.4	Courbes de WÖHLER de l'acier SUJ2 [Sakai, 2009].	13
1.5	Représentation schématique d'une courbe de WÖHLER mettant en évidence les cinq domaines I, II, III, IV et V de la fatigue. Cette représentation est valable aussi bien pour les matériaux de type I que pour ceux de type II. Adapté de [Mughrabi, 2006].	14
1.6	Courbes de WÖHLER de l'acier X12CrNiMoV13-3 (utilisé dans l'aéronautique), ● : sous air, ▲ : en milieu corrosif ($f = 120$ Hz, $R = -1$) [El May, 2013]. Les traits continus représentent les courbes de WÖHLER pour une probabilité de survie de 50 %. Les traits discontinus situés au-dessus et en-dessous représentent respectivement la courbe de WÖHLER pour une probabilité de survie de 10 % et 90 %. Pour raisons de confidentialité les amplitudes de contrainte ont été adimensionnées.	15
1.7	Estimation de la limite de fatigue de l'acier XC 55 ($f = 100$ Hz) à partir de mesures de température et du calcul de la dissipation intrinsèque [Luong, 1998]. Les nombres de cycles des blocs de chargement ont été fixés à ■ : 3000 cycles et ○ : 6000 cycles. La limite de fatigue a été estimée à 374 MPa avec des essais d'auto-échauffement. Elle a été estimée à 399 MPa avec des essais de 10^7 cycles.	16
1.8	Amorçage de fissures de fatigue à partir de PSB situées dans les grains (vues en coupe).	18
1.9	Amorçage d'une fissure de fatigue à l'interface PSB/matrice pour du cuivre pur (la fissure est repérée par une flèche) [Ma & Laird, 1989].	18
1.10	Dissociation d'une dislocation parfaite en deux partielles pour un réseau CFC [ASM, 1996]. Le plan atomique A est un des plans $\{111\}$. Les lettres B et C désignent les positions des atomes des deux plans atomiques situés de part et d'autre de A.	21
1.11	Étapes successives du glissement dévié d'après le modèle de FRIEDEL et ESCAIG [Bonneville et al., 1988].	22
1.12	Transitions glissement cristallographique – maclage calculées pour le cuivre pur polycristallin [Meyers et al., 2001].	24
1.13	Courbe d'écrouissage cyclique du cuivre pur monocristallin [Laird et al., 1986]. Le système de glissement actif a pour plan de glissement (111), vecteur de BÜRGERS $\frac{1}{2}[\bar{1}01]$ et l'axe du chargement correspond à $[\bar{1}4,49,9]$	26

1.14	Structures de dislocations observées dans du cuivre monocristallin lors des stades A et B.	27
1.15	Structure en cellules observée dans du cuivre monocristallin lors du stade C pour $\gamma_{pl} = 1,45.10^{-2}$ [Laird et al., 1986].	28
1.16	Formation d'extrusions et d'intrusions d'après le modèle EGM I [Mughrabi, 2009].	29
1.17	Prédiction du relief de surface d'après le modèle de POLÁK [Polák & Man, 2014].	30
1.18	Formation d'extrusions et d'intrusions d'après le modèle EGM II [Liu, 2013]. . .	30
1.19	Courbe de WÖHLER de l'acier 100C6 à différentes fréquences et à température ambiante [Bathias, 2014]; ce matériau ne présente pas d'effet de fréquence. . . .	34
1.20	Courbe de WÖHLER d'un acier bas carbone à différentes fréquences et à température ambiante [Tsutsumi et al., 2009]; ce matériau présente un effet de fréquence. La coupe figurant dans la légende représente l'un des deux trous percés sur les éprouvettes pour étudier la croissance de fissure.	34
1.21	Courbes de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin après différents recuits pour une fréquence de 1000 Hz [Thompson et al., 1955].	38
1.22	Courbes de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin recuit et étiré pour une fréquence de 17700 Hz [Awatani et al., 1975].	38
1.23	Courbes de WÖHLER de deux cuivres purs polycristallins pour une fréquence de 20000 Hz [Phung, 2012].	39
1.24	Courbe de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin pour une fréquence de 19900 Hz [Stanzl-Tschegg, 2008].	39
1.25	Courbes de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin après différents traitements pour une fréquence de 30 Hz [Thompson & Backofen, 1971].	41
1.26	Courbes de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin après différents recuits pour une fréquence de 100 Hz [Lukáš & Kunz, 1987]. Ces courbes de tendance ont été tracées à partir de 70 points expérimentaux pour le cuivre à grains fins et 90 pour le cuivre à gros grains.	41
1.27	Courbe de WÖHLER d'un cuivre pur polycristallin pour une fréquence de 80 Hz [Lukáš et al., 1974]. Cette courbe a été tracée à partir de la relation (1.2).	42
1.28	Courbes de WÖHLER de deux cuivre purs polycristallins pour différentes fréquences d'essais [Lukáš et al., 2011].	43
1.29	Courbes de WÖHLER à basses fréquences de plusieurs cuivres purs polycristallins. Tous les cuivres sont à l'état recuit et leurs tailles de grain moyennes sont spécifiées à côté des courbes.	46
1.30	Courbes de WÖHLER à hautes fréquences de plusieurs cuivres purs polycristallins. Tous les cuivres sont à l'état recuit et leurs tailles de grain moyennes sont spécifiées à côté des courbes.	46
1.31	Courbes des premières SB et PSB pour le cuivre pur polycristallin (tracées à partir des valeurs du tableau 1.2). Pour les travaux de [Phung, 2012] [Phung et al., 2014] au premier losange aucune bande de glissement n'est observée, au second losange au moins une bande de glissement est observée.	49
1.32	Différents types de bandes de glissement observés au MEB pour du cuivre pur polycristallin sollicité en fatigue ultrasonique [Phung et al., 2014].	50
1.33	Courbe de WÖHLER du laiton sous différentes atmosphères gazeuses [Petit & Sarrazin Baudoux, 2008].	52
1.34	Bandes persistantes de glissement observées sur du cuivre pur monocristallin après chargement en fatigue ($\gamma_{pl} = 2.10^{-3}$ et $N = 1,34.10^5$ cycles) sous différentes atmosphères [Wang et al., 1984]. L'axe de sollicitation est horizontal.	53

1.35	Structures de dislocations observées pour du cuivre pur monocristallin après chargement en fatigue ($\gamma_{pl} = 2.10^{-3}$ et $N = 1,34.10^5$ cycles) sous différentes atmosphères [Wang et al., 1984].	54
2.1	Machine de fatigue ultrasonique.	59
2.2	Allures des amplitudes de déplacement et de contrainte dans le système en régime permanent. Adapté de [Bathias & Paris, 2005].	60
2.3	Vibrations en régime permanent dans le cas d'une loi de comportement élastique et visco-élastique. Adapté de [Pascal, 2008a].	60
2.4	Calibration de la machine de fatigue ultrasonique. La courbe de calibration est construite à partir de plusieurs points de mesure pour de faibles amplitudes de contraintes. Ainsi l'échauffement des éprouvettes est négligeable et il n'est pas nécessaire d'utiliser un système de refroidissement celui-ci pouvant perturber les mesures de déformations.	62
2.5	Exemple de bloc de chargement pour une machine de fatigue ultrasonique à pulses. Adapté de [Tsutsumi et al., 2009].	63
2.6	Exemple de solide de section variable.	65
2.7	Premières pulsations propres et modes propres associés en flexion d'un cylindre de section constante pour des conditions aux limites libre-libre [Plusquellec, 2004].	67
2.8	Cylindre en cuivre utilisé pour estimer le module de YOUNG.	68
2.9	Machines de fatigue pour les essais à basse fréquence.	69
2.10	Géométries des éprouvettes de fatigue ultrasonique (les systèmes de fixation aux sonotrodes ne sont pas représentés).	71
2.11	Éprouvettes de fatigue ultrasonique et leur système de fixation.	71
2.12	Méthode de dimensionnement des éprouvettes de fatigue ultrasonique.	72
2.13	Profils des amplitudes du déplacement et de la contrainte pour les éprouvettes de fatigue ultrasonique calculés pour un déplacement d'amplitude $u_S = 1 \mu m$	78
2.14	Exemple de contrôle des vibrations longitudinales pour une éprouvette.	81
2.15	Exemple de mesure de l'amplitude du déplacement radial au centre d'une éprouvette en acier présentant une légère vibration en flexion.	82
2.16	Comparaison des profils de l'amplitude de la contrainte pour les éprouvettes de fatigue ultrasonique et basse fréquence.	84
2.17	Schéma de principe d'un MEB [Paqueton & Ruste, 2006].	86
2.18	Observations au microscope optique et au MEB de bandes de glissement sur des éprouvettes en cuivre après essai de fatigue.	87
2.19	Principe et dispositif expérimental de l'EBSD [Barbier, 2010].	88
2.20	Superposition d'une cartographie d'orientations et des positions des points de mesure des orientations montrant la répartition des points de mesure suivant une grille hexagonale (pas : $3 \mu m$).	89
2.21	Zone d'émission des électrons [Valès, 2010].	89
2.22	Zone d'étude pour les observations au MEB et les cartographies EBSD (dimensions en mm).	90
2.23	Angles d'EULER.	90
2.24	Cartographie d'orientations obtenue par EBSD pour le plan d'observation (DL,DN) (pas : $0,5 \mu m$). La maille de chaque cristal a été ajoutée et est représentée par un cube rouge. À titre d'exemple le cristal A apparaît en vert c'est donc un plan proche d'un des plans $\{101\}$ qui est perpendiculaire à DT.	91
2.25	Distorsions du réseau cristallin dues à la présence de dislocations [Fivel & Forest, 2004].	93

2.26	Calcul de la désorientation entre un point de mesure et ses voisins. La première série de voisins est représentée en rose et la seconde série en orange.	94
2.27	Schématisation du balayage effectué sur un échantillon dans le cas de différents pas de cartographie [Malchère & Gendarme, 2006]. P désigne le pas de cartographie et L la taille de la zone d'émission.	95
2.28	Cartographies des désorientations intra-granulaires (superposées à celles des indices de qualité) obtenues pour différents pas (angles en °).	96
2.29	Calcul d'un indicateur de microplasticité par traitement d'image.	98
2.30	Lunette Questar à grande focale utilisée pour la détection des premières bandes de glissement.	99
3.1	Repérage des directions d'une plaque laminée.	102
3.2	Micrographies pour le cuivre non recuit pour trois plans d'observation (clichés pris au microscope optique).	103
3.3	Micrographie pour le cuivre recuit dans le plan (DL,DN) (cliché pris au microscope optique).	104
3.4	Cartographies d'orientations obtenues par EBSD et réalisées pour trois plans d'observation (taille des zones : environ $2500\ \mu\text{m} \times 900\ \mu\text{m}$, pas : $5\ \mu\text{m}$).	105
3.5	Distribution de la taille de grain du cuivre (obtenue d'après la cartographie figure 3.4b).	106
3.6	Figures de pôles directes du cuivre obtenues par EBSD auxquelles ont été superposées les figures de pôles des textures identifiées.	107
3.7	Figures de pôles directes du cuivre laminé pour un taux de réduction de 90 % d'après la littérature [Kocks et al., 2000]. Les textures présentes sont \square : Bs, Δ : Cuivre, ∇ : Dillamore, \diamond : Goss, \circ : S (la composante cube n'est volontairement pas représentée). La direction RD (<i>Reference Direction</i>) est équivalente à DL et TD (<i>Transverse Direction</i>) est équivalente à DT.	107
3.8	Exemple illustrant la méthode mise en oeuvre pour la définition des grains et le calcul de la distribution de désorientation inter-granulaire pour les cartographies obtenues par EBSD (cartographie d'un échantillon de cuivre avec un pas de $0,5\ \mu\text{m}$).	109
3.9	Distribution de l'angle de désorientation inter-granulaire. La fraction linéique est nulle en dessous de 5° car ce seuil de désorientation définit les joints de grains.	109
3.10	Cartographies d'orientations et de l'indice de qualité obtenues par EBSD pour le plan d'observation (DL,DN) (taille de la zone : environ $540\ \mu\text{m} \times 350\ \mu\text{m}$, pas : $0,5\ \mu\text{m}$).	110
3.11	Géométrie des éprouvettes de traction quasi-statique en cuivre (dimensions en mm).	111
3.12	Courbes de traction quasi-statique du cuivre recuit pour différentes vitesses de déformation.	113
3.13	Évolution de la contrainte d'écoulement du cuivre en compression pour différentes vitesses de déformation et pour trois déformations totales (représentation en grandeurs vraies). À titre indicatif les plages de vitesses de déformation moyennes pour les essais à 10 Hz, 100 Hz et 20000 Hz sont représentées (les limites de ces plages correspondent à des contraintes de 40 et 100 MPa).	115
3.14	Prélèvement des éprouvettes dans les plaques en cuivre.	116
3.15	Polissage électrolytique.	118

4.1	Courbe de WÖHLER du cuivre pur polycristallin à 10, 20, 100 et 20000 Hz et à température ambiante. La courbe de tendance à basses fréquences et celle à haute fréquence sont représentées en pointillés. Chaque courbe de tendance est constituée par des portions de droites. Les flèches désignent des éprouvettes qui ne se sont pas rompues et le nombre d'éprouvettes non rompues est indiqué par un numéro.	126
4.2	Courbe de WÖHLER à basses fréquences comparée avec celles de la littérature pour le cuivre pur polycristallin. Tous les cuivres sont à l'état recuit et leurs tailles de grain sont spécifiées à côté des courbes.	131
4.3	Courbe de WÖHLER à haute fréquence comparée avec celles de la littérature pour le cuivre pur polycristallin. Tous les cuivres sont à l'état recuit et leurs tailles de grain sont spécifiées à côté des courbes.	131
4.4	Illustration des stades 2 et 4 de la durée de vie en fatigue.	132
4.5	Chargement appliqué pour les essais de fatigue par blocs à 100 Hz.	134
4.6	Échauffement des éprouvettes après essais de fatigue de 20000 cycles à 100 Hz pour différentes amplitudes de contrainte. Les lignes en pointillés schématisent les deux régimes d'échauffement observés, la transition entre ces régimes se situe autour de 98 MPa.	135
4.7	Observations de surface après essais de fatigue de 20000 cycles à 100 Hz pour différentes amplitudes de contrainte. Les bandes de glissement sont détectables à partir d'une amplitude de contrainte de 100 MPa.	136
4.8	Chargement appliqué pour les essais de fatigue par blocs à 20000 Hz.	137
4.9	Dispositif expérimental pour les mesures de température par caméra infrarouge lors des essais de fatigue ultrasonique avec système de refroidissement.	138
4.10	Échauffement des éprouvettes au cours des essais de fatigue ultrasonique avec refroidissement. Les essais débutent après 2 secondes et sont arrêtés après 10^6 cycles.	139
4.11	Échauffement des éprouvettes au cours de deux essais de fatigue à 100 Hz pour des amplitudes de contrainte de 85 et 95 MPa (dans les deux cas la fréquence d'acquisition de la caméra infrarouge est de 0,1 Hz). L'essai à 85 MPa a été arrêté à 10^6 cycles, à 95 MPa la rupture est survenue après 753 000 cycles.	140
4.12	Échauffement des éprouvettes après essais de fatigue de 10^6 cycles pour différentes fréquences et amplitudes de contrainte.	142
4.13	Échanges par conduction et convection pour une tranche d'éprouvette.	143
4.14	Identification de $\tilde{\theta}_s$ et de τ sur la courbe de l'échauffement d'une éprouvette pour le calcul de la dissipation intrinsèque moyenne au cours d'un cycle et de l'énergie dissipée au cours d'un cycle w_d .	145
4.15	Énergie dissipée au cours d'un cycle pour différentes fréquences et amplitudes de contrainte. L'énergie dissipée au cours d'un cycle est calculée après 10^6 cycles quand l'échauffement des éprouvettes est stabilisé ou quasi-stabilisé.	146
4.16	Énergie dissipée au cours d'un cycle pour les essais de fatigue ultrasonique avec et sans système de refroidissement. L'énergie dissipée au cours d'un cycle est calculée après 10^6 cycles quand l'échauffement des éprouvettes est stabilisé ou quasi-stabilisé.	147
4.17	Cycle stabilisé en fatigue [Lemaitre et al., 2009].	148
4.18	Estimation des amplitudes de déformation plastique pour différentes fréquences et amplitudes de contrainte.	149
5.1	Bandes de type II observées après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz pour une amplitude de contrainte de 65 MPa.	154

5.2	Cartographies EBSD en indice de qualité montrant les bandes de glissement (en noir) après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz pour différentes amplitudes de contrainte. Ces cartographies ont été réalisées sur la face normale à DT. Les sigles I, II et III désignent respectivement des bandes de type I, II et III.	156
5.3	Rapports des bandes de type II formées le long d'un joint de macles parmi celles formées le long d'un joint de grains après essais de fatigue à 20000 Hz. Ces rapports ont été calculés pour des bandes situées dans une zone d'environ 1 mm^2 située au centre des éprouvettes. Il a été considéré que l'angle de désorientation d'un joint de macles est compris entre 58° et 62° .	158
5.4	Courbes d'apparition des premières bandes à 100 et 20000 Hz.	161
5.5	Courbes d'apparition des premières bandes à 100 et 20000 Hz auxquelles ont été superposées les courbes de WÖHLER à 10, 20, 100 et 20000 Hz.	161
5.6	Morphologie (figures (a) et (b)) et localisation (figures (c) et (d)) des premières bandes de glissement pour $f = 100 \text{ Hz}$ et $\sigma = 85 \text{ MPa}$. Les clichés figures (a) et (b) ont été pris avec une lunette à grande focale. Les cartographies figures (c) et (d) ont été obtenues par EBSD (taille : $368 \mu\text{m} \times 235 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).	163
5.7	Morphologie (figures (a) et (b)) et localisation (figures (c) et (d)) des premières bandes de glissement pour $f = 100 \text{ Hz}$ et $\sigma = 75 \text{ MPa}$. Les clichés figures (a) et (b) ont été pris avec une lunette à grande focale. Les cartographies figures (c) et (d) ont été obtenues par EBSD (taille : $317 \mu\text{m} \times 288 \mu\text{m}$, pas : $0,6 \mu\text{m}$).	164
5.8	Panoramas des éprouvettes après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz et pour plusieurs amplitudes de contrainte (dimensions de chaque panorama : environ $3 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$). Le trait rouge délimite la zone centrale sur laquelle est calculée la fraction de surface recouverte par des bandes, sa valeur sur cette zone est notée $f_{s,c}$ et est indiquée pour chaque panorama.	167
5.9	Profils de la fraction de surface recouverte par des bandes à 100 Hz pour plusieurs amplitudes de contrainte et nombres de cycles.	170
5.10	Développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles à 100 Hz et pour plusieurs amplitudes de contrainte.	171
5.11	Profils de la fraction de surface recouverte par des bandes à 20000 Hz pour plusieurs amplitudes de contrainte et nombres de cycles. Un système de refroidissement a été utilisé lors des essais.	173
5.12	Développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles à 20000 Hz et pour plusieurs amplitudes de contrainte.	174
5.13	Développement des bandes de glissement avec le nombre de cycles à 100 et 20000 Hz et pour différentes amplitudes de contrainte. Pour éviter les superpositions des barres d'erreurs celles-ci ont été légèrement décalées sur l'axe des nombres de cycles.	176
5.14	Profils de la fraction de surface recouverte par des bandes après essais de fatigue de 10^6 cycles à 20000 Hz sans système de refroidissement.	177
5.15	Profils longitudinaux de la fraction de surface recouverte par des bandes, de l'amplitude de contrainte et de la dissipation après essais de fatigue de 10^6 cycles à 20000 Hz sans système de refroidissement.	178
5.16	Comparaison des fractions de surface recouverte par des bandes de glissement pour un nombre de cycles de 10^6 pour les essais ultrasoniques avec et sans système de refroidissement.	180
5.17	Comparaison des énergies dissipées au cours d'un cycle et des fractions de surface recouverte par des bandes de glissement pour un nombre de cycles de 10^6 pour les essais ultrasoniques avec et sans système de refroidissement.	180

5.18	Exemple de cartographie de désorientation intragranulaire ($f = 20000$ Hz, $\sigma = 85$ MPa et $N = 10^6$ cycles). Au sein de certaines bandes l'indexation n'est pas possible (ces bandes figurent en noir sur la cartographie d'orientations) et dans ce cas la désorientation ne peut pas être calculée. Pour les bandes indexées la désorientation peut être calculée; dans ce cas elle est assez élevée et elle vaut environ 1°	182
5.19	Identification des pixels situés dans les bandes de glissement.	183
5.20	Fonction de répartition et probabilité de l'angle de désorientation.	185
5.21	Structures de dislocations après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz.	187
5.22	Panoramas du centre des éprouvettes après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz. Ces panoramas ont approximativement les mêmes dimensions que les lames minces prélevées pour les observations au MET (dimensions de chaque panorama : environ 2 mm de côté).	188
6.1	Détermination de la limite élastique à 0,2 % de déformation plastique pour une vitesse de déformation de $52,3 \text{ s}^{-1}$ (soit une valeur en log de $1,7 \text{ s}^{-1}$) à partir des essais quasi-statiques par extrapolation.	194
6.2	Courbes de WÖHLER normalisées.	195
6.3	Courbes des premières bandes à 100 Hz et à 20000 Hz pour le cuivre pur polycristallin. En noir et blanc : courbes expérimentales. En couleur : courbes des premières bandes à 20000 Hz prédites par les différents modèles. Pour cela, les courbes expérimentales des premières bandes à 100 Hz ont été décalées du nombre de décades calculés avec les différents modèles entre l'apparition des bandes à 100 Hz et à 20000 Hz.	201
A.1	Modes de vibration voisins de 20000 Hz pour une éprouvette plate en cuivre. L'éprouvette déformée figure en bleu, l'éprouvette non déformée en blanc.	210
B.1	Opérations de symétrie pour les cristaux cubiques (extrait de la documentation du logiciel OIM).	213
C.1	Cartographies d'orientations obtenues par EBSD après essais de fatigue de 10^6 cycles à 100 et 20000 Hz pour différentes amplitudes de contrainte. Ces cartographies ont été réalisées sur la face normale à DT.	217
C.2	Cliché MEB et cartographie EBSD après essai de fatigue de 10^6 cycles à 100 Hz et 85 MPa montrant que les zones en extrusion sont plus difficilement indexées que celles en intrusion.	218
D.1	Distributions des valeurs d'angles de désorientation. Les distributions sont d'abord représentées sous la forme d'histogrammes. Les courbes de la probabilité de l'angle de désorientation sont obtenues en reliant les sommets des barres des histogrammes. Les courbes de la probabilité pour une loi log-normale sont également représentées mettant en évidence que les valeurs d'angles de désorientation sont quasiment distribuées selon ce type de loi.	220

Liste des tableaux

1.1	Résistance à la fatigue à 10^7 cycles du cuivre pur polycristallin (valeurs calculées à partir des figures 1.21 à 1.28). Comme certaines courbes tendent à saturer au voisinage de 10^7 cycles ce sont les valeurs de résistance à la fatigue pour un nombre de cycles donné qui sont comparées et non l'inverse. * : cuivre recuit car laminé à chaud.	44
1.2	Seuils définissant l'apparition des premières SB et PSB pour le cuivre pur polycristallin. * : valeurs calculées à titre indicatif avec $E = 127$ GPa [Stanzl-Tschegg et al., 2007].	48
1.3	Comparaison de résultats d'essais de fatigue sous air et sous vide pour du cuivre pur monocristallin [Wang et al., 1984] [Wang & Mughrabi, 1984].	53
2.1	Comparaison des temps d'essais de fatigue.	58
2.2	Caractéristiques de la sonotrode utilisée. Les contraintes au centre sont données à titre indicatif puisqu'elles dépendent de la géométrie des éprouvettes. Ces valeurs de contrainte ont été calculées pour une géométrie standard cylindrique.	61
2.3	Caractéristiques des machines de fatigue pour les essais à basse fréquence.	69
2.4	Dimensions et caractéristiques des éprouvettes de fatigue ultrasonique.	77
2.5	Modes propres des éprouvettes de fatigue ultrasonique plates en cuivre.	80
2.6	Modes propres des éprouvettes de fatigue ultrasonique cylindriques en cuivre.	80
2.7	Dimensions et caractéristiques des éprouvettes de fatigue basse fréquence.	84
2.8	Contraintes parasites dans les éprouvettes plates en cuivre. Le moment fléchissant M_f est donné à titre indicatif, il a été calculé avec la formule de théorie des poutres $\sigma_{flexion} = \frac{-M_f b}{2I}$	85
2.9	Paramètres utilisés pour les cartographies EBSD sur du cuivre. La taille de spot sur le MEB utilisé est de 30 nm.	89
2.10	Exemples de calculs de désorientation en un point de mesure.	93
2.11	Pas utilisés pour cartographier la zone analysée.	95
3.1	Composition chimique du cuivre étudié.	102
3.2	Indices de MILLER des textures de laminage identifiées [Bacroix, 2009]. Les angles d'EULER (voir chapitre 2, section 2.4.2) sont également mentionnés, c'est à partir de ces valeurs qu'ont été tracées les figures de pôles des textures de laminage identifiées.	108
3.3	Caractéristiques mécaniques du cuivre recuit en traction monotone pour trois vitesses de déformation.	112
3.4	Recuit réalisé sur les éprouvettes en cuivre dans le but de réduire les contraintes résiduelles.	117

3.5	Polissage mécanique du cuivre.	117
3.6	Polissage électrolytique du cuivre.	119
3.7	Épaisseurs retirées durant les étapes de polissage pour le cuivre.	119
3.8	Contraintes résiduelles mesurées sur les éprouvettes plates en cuivre non sollicitées.	120
3.9	Paramètres pour l'attaque chimique du cuivre (les temps d'attaque sont donnés à titre indicatif, ils dépendent de l'âge de la solution).	120
4.1	Rapport de la durée de vie à haute fréquence à celle à basses fréquences pour une contrainte donnée.	126
4.2	Liste des essais permettant de construire la courbe de WÖHLER du cuivre pur polycristallin à 10, 20, 100 et 20000 Hz et à température ambiante. Pour la géométrie d'éprouvette le symbole \circ désigne une éprouvette cylindrique et le symbole \square une éprouvette plate. Le sigle NR signifie qu'il n'y a pas eu de rupture. Le nombre d'éprouvettes testées est indiqué devant ce sigle.	129
4.3	Échauffements des éprouvettes après essais de fatigue de 10^6 cycles à 10 et 100 Hz. Les * désignent les essais pour lesquels la rupture est survenue avant 10^6 cycles. Pour les essais à 10 Hz et pour les niveaux de contrainte de 90 et 95 MPa celle-ci s'est produite à 439 776 et 286 002 cycles.	141
5.1	Seuils de formation des premières bandes de glissement à 100 Hz.	160
5.2	Rapport du nombre de cycles pour les trois principales phases de chargement et de la durée de vie à 100 Hz pour plusieurs amplitudes de contrainte.	171
5.3	Rapport du nombre de cycles pour les trois principales phases de chargement et de la durée de vie à 20000 Hz pour plusieurs amplitudes de contrainte.	172
6.1	Énergie d'activation ΔG_0 et contrainte τ requises pour franchir différents types d'obstacles calculés pour le cuivre (module de cisaillement : $G = 50000$ MPa, vecteur de BÜRGERS : $b = 2,5 \cdot 10^{-10}$ m, distance entre obstacles pour un matériau recuit : $l = 1 \mu\text{m}$).	193

EFFETS DE LA FRÉQUENCE ET DE LA TEMPÉRATURE SUR LES MÉCANISMES DE MICROPLASTICITÉ EN FATIGUE À GRAND ET TRÈS GRAND NOMBRE DE CYCLES

RÉSUMÉ : Il existe actuellement une demande croissante pour le développement de méthodes expérimentales rapides et fiables permettant d'estimer la résistance à la fatigue dans le domaine de la fatigue à grands nombres de cycles. En ce sens, la fatigue ultrasonique apparue dans les années cinquante est très intéressante pour les industriels. En effet, la fréquence typique de ces essais est de 20 kHz ce qui permet d'atteindre le domaine des très grandes durées de vie en des temps d'essais raisonnables (10^9 cycles sont atteints en 14 h). Cependant ces essais posent le problème de l'effet de la fréquence et plus généralement de la validité des résultats obtenus pour estimer la durée de vie de structures chargées à des fréquences très inférieures à 20 kHz. L'objectif de ce travail est d'évaluer l'effet de la fréquence du chargement sur les mécanismes précurseurs de l'initiation de fissures et plus précisément sur les mécanismes de microplasticité à l'échelle du grain.

Ce travail de thèse s'intéresse au cas du cuivre pur polycristallin sollicité en traction-compression alternée et symétrique. Pour mettre en évidence un effet de la fréquence, les courbes de Wöhler ont été construites à différentes fréquences. L'étude s'est ensuite focalisée sur les mécanismes de microplasticité précurseurs de l'initiation de fissures et plusieurs critères ont été examinés : les morphologies des bandes de glissement et leurs positions en lien avec la microstructure, les seuils d'apparition des bandes de glissement, le développement de ces bandes avec le nombre de cycles, la répartition de la microplasticité dans les grains, les valeurs d'énergie dissipée au cours d'un cycle.

Le glissement dévié et la production-diffusion de lacunes sont deux mécanismes qui interviennent dans la formation des bandes de glissement et des extrusions en surface. Leurs rôles respectifs sur les effets de fréquence observés sont discutés.

Mots clés : fatigue à grand nombre de cycles, fatigue gigacyclique, mécanismes de déformation, bandes de glissement, dislocations, microscopie électronique.

FREQUENCY AND TEMPERATURE IMPACTS ON MECHANISMS OF MICROPLASTICITY IN HIGH AND VERY HIGH CYCLE FATIGUE

ABSTRACT: Nowadays there is a growing demand for the development of fast and robust fatigue life prediction methods in the very high cycle fatigue domain. In this way, ultrasonic fatigue technique which appeared in 1950 is very interesting for manufacturers. Because the typical frequency of these tests is 20 kHz, this technique is efficient to perform tests up to a very high number of cycles in a reasonable time (10^9 cycles are reached in 14 h). However, the frequency domain of these fatigue tests facilities raises the issue of the effect of frequency and more generally the validity of the obtained results for estimating fatigue life of structures loaded at frequencies three or four order of magnitude below ultrasonic frequencies. The objective of this work is to evaluate the effect of the loading frequency on the precursors of fatigue damage, namely the microplasticity at the grain scale.

This thesis work deals with the case of polycrystalline pure copper loaded in fully reversed tension-compression. To show the effect of frequency, the Wöhler or S-N curves were constructed at different frequencies. Then, the study focused on the mechanisms of microplasticity preceding crack initiation and several criteria were investigated: the morphologies of the slip bands and their locations in the microstructure, the thresholds of appearance of the slip bands, the evolution of the slip bands amount with the number of cycles, the distribution of the microplasticity in the grains, the dissipated energy during a fatigue cycle.

Cross slip and vacancies production and diffusion are two mechanisms which play a part in the formation of slip bands and extrusions in surface. Their respective roles on the effects of frequency observed are discussed.

Keywords: high cycle fatigue, gigacycle fatigue, mechanisms of deformation, slip bands, dislocations, electron microscopy.